

Düsseldorf, den 3. Juli 1941.

Verteilung:

1278

1. Exemplar

Kuratorium:

Firma HENKEL:

Herrn Werner Lüps
Dr. Jost Henkel
Dir. Funck
Dir. Pfaff

2. Exemplar

Wissenschaftl. Beirat:

Firma HENKEL:

Herrn Dr. Hugo Henkel
Dr. Manchot
Dir. Dr. Riehl
Dr. Blaser
Dr. Raecke

3. Exemplar

Kuratorium:

Wissenschaftl. Beirat:

Firma BÜHME:

Herr Dir. Feldrappe
Herrn Dir. Dr. Bertsch
Dr. Kling
Dr. Burgdorf

4. Exemplar

Firma DEHYDAG:

Herrn Dir. Dr. Hentrich
Dir. Dr. Jung
Dr. Lütgert.

Wissenschaftlicher Beirat:

Bericht Nr. 8.

Sitzung am 9. Juni 1941 in Rodleben.

Anwesende Herren:

Dr. Hugo HENKEL
Dr. MANCHOT
Dir. FUNCK
Dir. Dr. BERTSCH
Dir. Dr. RIEHL
Dir. FELDRAPPE
Dir. Dr. HENTRICH
Dir. Dr. JUNG
Dr. BLASER
Dr. RAECKE
Dr. KLING
Dr. BURGDORF
Dr. LÜTGERT
Dr. GÜNDEL
Dr. LÜBBE
Dr. MANNES zeitweise
Dipl.-Jng. PERNTHALER zeitweise

Tagesordnung.

128

A. Vormittags-Sitzung.

I Stand der gesamten Arbeiten des Forschungslaboratoriums.

Referat über z. Zt. besonders wichtige Arbeiten.

Geplante neue Arbeiten.

- 1) Stand der Entwicklungsarbeiten betr. Enpeol-Verfahren im technischen Raum Rodleben.
Referent Dr. Lütgert.
- 2) Stand der Entwicklungsarbeiten betr. Nofol-Verfahren im technischen Raum Rodleben.
Referent Dr. Lütgert.
- 3) Stand der Untersuchungen über die Waschmittel- und Textilhilfsmittel-Eigenschaften der Enpeol-Sulfonate.
Referent Dr. Lübbe.
- 4) Stand der Untersuchungen über die Waschmittel- und Textilhilfsmittel-Eigenschaften des Nofatins II.
Referent Dr. Lübbe.
- 5) Über den praktischen Wert der Kondensationsprodukte aus Fettalkoholen und Äthylenoxyd auf den verschiedensten Interessengebieten der Henkel-Gruppe.
Referent Dr. Lübbe.
- 6) Bericht über die im technischen Versuchsraum Rodleben z. Zt. durchgeführten Fabrikationsprozesse und Versuchsarbeiten, soweit sie aus den Arbeiten des Forschungslaboratoriums hervorgegangen sind.
Referent Dr. Lütgert.
- 7) Entwicklung auf dem Gebiet der Jgellitweichmacher.
Referent Dr. Hentrich.

- 8) Über die letzten Arbeiten auf dem Gebiet der Lackrohstoffe.
Referent Dr. Gündel.
- 9) Stand der Nekal-Arbeiten.
Referent Dr. Gündel.
- 10) Fettsparende bzw. fettfreie Schmelzmittel.
Referent Dr. Gündel.
- 11) Rodlebener Arbeiten betr. die kontinuierliche Sulfierung von Fettalkoholen.
Referent Dr. Lütgert.
- 12) Neue Konservierungsmittel (Araphen)
- Vortrag ausgefallen -.
Referent Dr. Hentrich.
- 13) Neue Emulgatoren für kosmetische Erzeugnisse.
- Vortrag ausgefallen -.
Referent Dr. Gündel.
- 14) Stand der Arbeiten über synthetische Gerbstoffe.
- Vortrag ausgefallen -.
Referent Dr. Hentrich.
- 15) Arbeiten über synthetische Lederöle.
- Vortrag ausgefallen -.
Referent Dr. Gündel.
- 16) Rodlebener Arbeiten betr. Herstellung von Äthylenprodukten (Äthylen, Äthylenchlorhydrin, Äthylenoxyd, Thiodiglykol).
- Vortrag ausgefallen -.
Referent Dr. Lütgert.

- II Arbeiten des wissenschaftlichen Laboratoriums
Chemnitz.
Referent Dr. Burgdorf.
- III Arbeiten der Abteilung 51 Düsseldorf.
- Vortrag ausgefallen -
Referent Dr. Blaser.

B. Nachmittags-Sitzung.

- IV Über kokkenwirksame Sulfanilamide (Vitigongruppe)
Referent Dr. Hentrich.

I. - Stand der gesamten Arbeiten des Forschungslaboratoriums.
Referat über z. Zt. besonders wichtige Arbeiten.

1) Stand der Entwicklungsarbeiten betr. Enpeol-Verfahren im
technischen Raum Rodleben.

Referent Dr. Lütgert - Eigenreferat -.

Ehe ich Ihnen darüber berichte, wie sich die Herstellung des Nitroparaffinalkohols im Technischen Raum entwickelt hat, rufe ich Ihnen die einzelnen Stufen des Verfahrens, wie sie vom Forschungslaboratorium ausgearbeitet worden sind, noch einmal ins Gedächtnis zurück.

- 1) Nitrierung des Dieselöls bei ca. 180°.
- 2) Verseifung des entstandenen Nitroparaffins mit Natronlauge bei 40-50° zwecks Abtrennung des unnitrierten Anteils.
- 3) Abtrennung des unnitrierten Anteils bei 40-50°.
- 4) Abscheidung des Nitroparaffins aus der NatronlaugeLösung mit Hilfe von Kohlendioxyd bei 15-20°.
- 5) Abtrennung des Nitroparaffins von der wässrigen Natriumbicarbonatlösung.
- 6) Umsatz von Nitroparaffin mit Formaldehyd (Methanol als Lösungsvermittler) bei 80-100°.
- 7) Abtreiben des Methanols.
- 8) Abtrennen von Enpeol.
- 9) Befreien des Enpeols von Wasser.

Für diesen Verfahrensgang galt es, eine technisch durchführbare Form zu finden und gleichzeitig eine Anlage zu schaffen, die die für größere Waschversuche notwendigen Mengen an Enpeol herzustellen erlaubt und es gestattet, Vorstudien für eine Großanlage zu machen.

Da die technisch für uns vollständig neuartige Stufe des Verfahrens die Nitrierung war, haben wir, um den eben gezeichneten Zielen näher zu kommen, die Aufgaben von drei Seiten aus in Angriff genommen.

- 1) Zunächst haben wir uns eine Nitrierungsapparatur geschaffen, die der vom Forschungslabor entwickelten im wesentlichen gleicht, nur ist sie doppelt so groß.
- 2) Um eine erste Anlage für Nitrierungen in größerem Umfange zu erstellen, hielten wir es für angezeigt, als Werkstoff beim Glas zu bleiben, zumal die Firma Schott geeignete große Glasbehälter für chemische Umsetzungen heute serienmäßig herstellt. Wir haben also gemeinsam mit dieser Firma unter Zuhilfenahme der von ihr serienmäßig hergestellten Glasrohrleitungen eine Apparatur entwickelt, die sich im wesentlichen noch an das Labormodell anlehnt und es erlauben wird, den anfangs üblichen Laboransatz auf das ca. 70fache zu vergrößern.
- 3) Schließlich haben wir auch den Gedanken erwogen, wie man das Nitrierungsverfahren kontinuierlich gestalten könne und haben eine erste Apparatur entworfen, die wir zunächst mit eigenen Kräften bauen und an der wir die notwendigen Studien machen wollen.

Unsere Erfahrungen, die wir bei diesen Arbeiten machten, möchte ich nun kurz schildern:

Unsere kleinere Nitrierungsapparatur arbeitet seit einigen Wochen ohne Störung. In Bezug auf die Nitrierungsmethode brachte sie uns im Hinblick auf die im Forschungslaboratorium gemachten Erfahrungen kaum neue Erkenntnisse.

Die uns ganz besonders beschäftigende Frage, die Abschätzung und die Beherrschung der bei der Reaktion freier werdenden Wärmemenge, konnten wir an dieser Apparatur ihrer geringen Größe wegen noch nicht studieren. Wir benutzten das angefallene Rohmaterial, um die nachfolgenden Prozesse eingehend durchzuarbeiten.

Für die Verseifung, die bei den ersten Arbeiten des Forschungslaboratoriums mit Kalilauge durchgeführt wurde, ist später Natronlauge angewandt worden. Versuche, das Unverseifbare mittels einer Zentrifuge abzutrennen, sind bis jetzt leider fehlgeschlagen, wir sind vorläufig auf den Scheidetrichter angewiesen.

Die nächsten Stufen - den Umsatz mit Kohlendioxyd und nachfolgend mit Formaldehyd - gelang es uns grundlegend zu ändern. Wir gingen dabei von dem Gedanken aus, daß es die Hauptsache ist, daß der Formaldehyd mit dem Nitroparaffin in homogener Phase umgesetzt werden muß. Das ist nicht möglich, wenn man das freie Nitroparaffin mit wässrigem Formaldehyd reagieren läßt. Die ersten Vorschläge des Forschungslaboratoriums sahen daher Alkohol als Lösungsvermittler vor. Wir überlegten, ob man nicht dasselbe Ziel erreichen könnte, wenn man auf das Nitroparaffin in dem Augenblick, in dem es durch die Behandlung mit Kohlendioxyd aus der alkalischen Lösung frei wird, also sozusagen in status nascendi ist, Formaldehyd einwirken läßt. Wir gaben also zu der alkalischen Lösung Formaldehyd in demselben Maße hinzu, wie wir Kohlendioxyd einleiteten. Erfolge waren da. Sie waren aber noch nicht zufriedenstellend, d.h. die OH-Zahl des entstandenen Reaktionsproduktes war noch recht niedrig.

Wir gingen dann dazu über, den Formaldehyd auf einmal vor Beginn der Reaktion zuzusetzen und dann Kohlensäure durch dieses Reaktionsgemisch zu leiten. Auch die bei dieser Arbeitsweise erzielten Erfolge befriedigten uns noch nicht ganz, denn beim Durchleiten nahm das Kohlendioxyd große Mengen des leichtflüchtigen Formaldehyds mit.

Um diese beiden Nachteile, den Überschuß an Kohlendioxyd und den Verlust von Formaldehyd zu vermeiden, drückten wir nun in einem geeigneten Druckgefäß auf die alkalische Lösung des Nitroparaffins gemischt mit Formaldehyd Kohlendioxyd unter Rühren auf, so lange, bis die Lösung daran gesättigt war. Dabei schied sich aus der Lösung ein Öl ab, das eine sehr befriedigende OH-Zahl hatte und das sich auch leicht abtrennen ließ.

Auf Grund dieser Erfahrungen hatten wir das eingangs geschilderte Verfahren sehr vereinfacht. Das hatte sehr wesentlichen Einfluß auf die Planung der zu erstellenden halbertechnischen Apparatur.

Wir hatten nun folgende Stufen:

- 1) Nitrierung.
- 2) Verseifung.
- 3) Abtrennung des Unverseifbaren.
- 4) Umsatz mit Kohlendioxyd und Formaldehyd.
- 5) Abscheidung des Enpeols.

Die Stufen 2 und 4 lassen sich in demselben Gefäß durchführen, ebenso 3 und 5.

So bekam die geplante halbtechnische Apparatur ein verhältnismäßig einfaches Aussehen. An das oben erwähnte Nitrierungsgefäß, das uns erlauben wird, mit Chargen von je ca. 35 kg Dieselöl zu arbeiten, schließt ein Kühler an, in dem das nach dem Nitrieren ca. 180° heiße Reaktionsgemisch auf Zimmertemperatur abgekühlt wird. Dann gelangt es in ein Rührgefäß und wird dort mit der notwendigen Menge Natronlauge verrührt, um dann in einen Scheidetrichter gedrückt zu werden, in dem die wässrige alkalische Lösung des Nitroparaffins vom Unverseifbaren getrennt wird. Die Nitroparaffinlösung geht in den Rührkessel zurück, um dort mit der notwendigen Menge Formaldehydlösung versetzt zu werden. Nun wird Kohlendioxyd aufgedrückt und so lange gerührt, bis die Reaktion neutral ist.

Dann geht das Reaktionsgemisch wieder in den Scheidetrichter, wo das ausgeschiedene Enpeol von der wässrigen Natriumbicarbonatlösung getrennt wird. Ob diese Operation auch mit Hilfe einer geeigneten Zentrifuge durchgeführt werden kann, muß noch versucht werden. Weiterhin muß noch festgestellt werden, ob es notwendig ist, dem Enpeol die letzten Mengen anhaftenden Wassers durch Destillation im Vakuum zu entziehen.

Wenn wir auch aus Mangel an geeignetem Dieselöl bisher nur sehr wenige Chargen in dieser halbtechnischen Apparatur fahren konnten, so läßt sich doch über die technische Durchführbarkeit des Verfahrens schon einiges aussagen. Zunächst die Wärmetönung der Reaktion. Sie ist je nach der Natur des eingesetzten Dieselöls verschieden. Bei dem von uns verwendeten Dieselöl mit den Siedegrenzen 200-320° schätze ich sie auf 10-20 Cal pro Mol.

Um nun die Temperatur in dem Reaktionsbehälter, aus dem wir während der Nitrierung auf den gebräuchlichen Wegen Wärme weder zu- noch abführen können, in der richtigen Höhe zu halten, arbeiten wir folgendermaßen:

Vor Beginn der Nitrierung heizen wir das Dieselöl mit einem elektrischen Tauchsieder auf, den wir dann entfernen. Nun geben wir Salpetersäure hinzu, und zwar anfangs 98%ige. Dann steigt die Temperatur im Reaktionsgefäß an. Sobald sie zu hoch steigt, geben wir verdünntere Salpetersäure hinzu und führe die überschüssige Reaktionswärme im Wasserdampf des zugeführten Wassers in Gestalt der Verdampfungswärme ab. Dadurch, daß wir abwechselnd und nach Bedarf im Laufe der Nitrierung konzen-

trierte und verdünntere Salpetersäure hinzugeben, haben wir die Reaktionstemperatur innerhalb weniger Grade in der Hand und es ist ausgeschlossen, daß die Reaktion uns durchgeht oder absterbt.

Über die folgenden Stufen des Verfahrens ist nichts wesentliches zu berichten. Sie verlaufen programmäßig. Allerdings haben wir bei den ersten Ansätzen beim fertigen Enpeol noch nicht die ausgezeichneten Werte für die OH-Zahl erreicht, die unsere Kleinversuche im Labor des Versuchsraums ergeben haben. Aber wir sehen bereits Wege, wie wir dieses Mangels noch Herr werden.

Soweit sich auf Grund der bisherigen Versuche Angaben über die zukünftige Preisgestaltung machen lassen, kann gesagt werden, daß der Preis bei 0,90 RM/kg liegen dürfte. Dabei ist der Wert des unnitrierten Dieselöls, das wahrscheinlich in den Prozeß zurückgehen kann, mit 0 eingesetzt. Außerdem ist, soweit uns bekannt wurde, damit zu rechnen, daß sich der Preis für den Formaldehyd in Zukunft noch erniedrigt.

Dr. Bertsch fragt nach der Höhe der Ausbeuten und bittet um Angaben über das Ausgangsmaterial.

Dr. Lütgert schätzt die Ausbeute bis zu 80%; 25% bleiben unnitriert. Etwas Öl destilliert ab. Die Ausbeute schwankt sehr je nach Qualität des eingesetzten Dieselöls.

Dir. Funck fragt nach den Gründen für das verschiedene Verhalten des Dieselöls und bittet um Angabe von Konstanten.

Dr. Hentrich weist daraufhin, daß die Eignung eines Öls bisher nur durch Versuche zu ermitteln ist, daß das Dieselöl möglichst unverzweigt sein soll und eine Jodzahl von 0 aufweisen muß.

Dr. Hentrich führt aus, daß es Dieselöl verschiedener Herkunft gibt und daß es bisher nur vom Treibstoffstandpunkt zusammengesetzt und geliefert wird. Er macht den Vorschlag, möglichst viel verschiedene Dieselöle in Mengen von je 50 kg durchzuprüfen.

Dir. Funck schlägt vor, die von Rodleben bestellte Menge von 5 Tonnen geteilt zu liefern und zwar in Mengen von 1 Tonne Dieselöl aus der Normaldrucksynthese und 4 Tonnen aus der Mitteldrucksynthese. Dr. Hentrich möchte dasselbe Material wie es die J.G. für die Mesapon-Herstellung benutzt, haben, worauf

Dr. Mañchot daraufhin weist, daß auch die J.G. kein einheitliches Material bekommt. Nach Dr. Hentrich liegen die Siedegrenzen eines guten Dieselöls zwischen 200 und 320°. Nach den bisherigen Versuchen ist Krupp-Kondensatöl gut geeignet.

Dr. Blaser betont, daß verzweigte Paraffine besonders bei der Normaldrucksynthese nach Fischer anfallen. So weist der Normaldruck-Gatsch 30% verzweigte Anteile, der Mitteldruck-Gatsch 10% verzweigte Anteile und das T.T.H. Paraffin nur 5% verzweigte Anteile auf.

2) Stand der Entwicklungsarbeiten betr. Nofol-Verfahren im technischen Raum Rodleben.

Referent Dr. Lütgert - Eigenreferat -.

Die Arbeiten, über die ich nunmehr zu berichten habe, beruhen auf einer überraschenden und völlig unvorherzusehenden Beobachtung, über die schon auf der vorherigen Beiratstagung berichtet wurde.

Untervirft man Olefine, die man auf dem Wege
Vorlaufsäure - Keton - Alkohol - Olefin

erhält, der Oxosynthese, so erhält man einen Alkohol, der nach der Sulfonierung nicht etwa, wie man das von einem mittelständigen Sulfonat erwarten müßte, ein extrem gutes Netzmittel darstellt (siehe Tergitol), sondern ein ausgezeichnetes Waschmittel. Dieses Ergebnis legt den Schluß nahe, daß die Doppelbindung des aus dem mittelständigen sekundären Alkohol entstandenen Olefins nicht in der Mitte bleibt, sondern, bevor das CO-Molekül in der Oxosynthese eingreift, sich gegen das Ende des Moleküls verschiebt, so daß das Resultat der Oxosynthese ein primärer verzweigter Alkohol mit einer langen und einer sehr kurzen Kette ist. Diese Beobachtung mußte notwendig dazu führen, diesen Weg, der von Vorlaufsäure zu einem guten Waschmittel führt, auch technisch zu beschreiten. Wir bekamen daher den Auftrag, die technische Herstellung solcher Alkohole, die den Namen Nofole erhielten, nach den Angaben und Vorarbeiten der Forschungslabors auszuarbeiten.

1) Über die erste Stufe des Verfahrens, die Ketonisierung von Vorlaufalkoholen, liegen im Werk III genügend Erfahrungen vor. Eine entsprechende Anlage mit technischen Ausmaßen ist im Werden.

2) Auch die zweite Stufe, die Reduktion der erhaltenen Ketone zu symmetrischen sekundären Alkoholen, ist im Werk III eingehend durchgearbeitet.

Für das weitere Verfahren war vom Forschungslabor ein Arbeitsgang vorgesehen, der folgende Stufen vorsah:

- 3) Herstellung von Olefinen aus Sekalen.
- 4) Oxosynthese mit dem gewonnenen Olefin.
- 5) Nachbehandlung des gewonnenen Olefins zur Beseitigung der darin enthaltenen Aldehyde und Ester,
- 6) Destillation des Alkohols.

Auf Grund dieser Vorschrift haben wir zunächst eine halbertechnische diskontinuierliche Produktion vorgesehen, die sich im wesentlichen bei uns vorhandener Apparaturen bedient.

Zu 3):

Das Olefin stellen wir vorläufig, wie die Laborvorschrift angibt, nach der alten bewährten Methode mittels Phosphorsäure in einer Porzellanapparatur dar. Wir beabsichtigen zu prüfen, ob auch die Olefine, die wir nach an sich bekannten katalytischen Verfahren gewonnen haben, dieselben vorteilhaften Eigenschaften zeigen, wie die nach dem Verfahren mit Phosphorsäure gewonnenen. Es würde das für die großtechnische Ausgestaltung des Verfahrens von großem Wert sein.

Zu 4):

Für die Oxosynthese stehen 2 Autoklaven mit dem Fassungsvermögen von 8 und 30 Ltr. zur Verfügung, das entspricht einer Ausbeute von ca. 1,7 bzw. 6,5 kg Oxoalkohol pro Charge.

Zur Durchführung der Versuche steht uns außer reinem Kohlenoxyd auch Wassergas zur Verfügung, das wir aus dem Werk II mit dem notwendigen Druck in Gasflaschen oder mittels einer Druckleitung erhalten können.

Unsere ersten Versuche, die wir auf diesem Gebiet machten, hatten 2 Ziele: wir wollten die angewandte Katalysatormenge herabsetzen und wollten, da wir feststellten, daß der

Katalysator schon bei verhältnismäßig tiefen Temperaturen anspringt, mit der Reaktionstemperatur heruntergehen. Auf beiden Wegen haben wir Erfolge gehabt. Besonders hat eine tiefere Reaktionstemperatur zu Produkten mit sehr viel niederen Verseifungszahlen geführt, als die ursprünglichen Produkte sie hatten.

Zu 5) und 6):

Wir konnten daher auf die in der uns gegebenen Vorschrift empfohlene Nachhydrierung verzichten und das Reaktionsprodukt zur Befreiung von dem darin enthaltenen Ester unmittelbar destillieren. Wir hoffen damit, zur Vereinfachung des Verfahrens beigetragen zu haben.

Wie bei jedem neuen Verfahren, kann man natürlich auch hier alle möglichen Einwendungen gegen die technische Durchführbarkeit und die Wirtschaftlichkeit machen. Der landläufigste Einwand in einem solchen Fall ist der, daß das Verfahren wissenschaftlich sehr interessant sei, aber viel zu teuer komme. Die Herren unseres Rodlebener Betriebes haben überschlägliche Kalkulationen vorgenommen, aus welchen hervorgeht, daß man bei einem Einsatz der Vorlaufsäuren C_6-C_9 für RM 42.-/100 kg mit einem Preis für die Verfahrenskosten plus den Rohstoff von RM 150.- bis 160.-/100 kg Nofolalkohole im sulfierfähigen Zustand rechnen kann. Demgegenüber ist zu bemerken, daß die aus den Wittener Hauptlaufsäuren in Rodleben seit Jahren fabrizierten PC-Lorole im vergangenen Jahre RM 183.-/100 kg kosteten. Dieser Preis hat sich allerdings, wie die Zahlen der ersten Monate dieses Jahres zeigen, ermäßigt und wird wohl bei ca. RM 140.- bis 150.-/100 kg zu liegen kommen.

Ein weiterer Einwand, mit dem wir rechnen, ist der, daß die Wärmetönung bei der Oxosynthese im technischen Ausmaße an einem 100%igen Olefin viel zu hoch sei und die Durchführbarkeit des Prozesses im großen gefährden könne. Die Herren unseres Betriebes, die sich seit Jahren mit der Hochdruckhydrierung, welche ja bekanntlich auch ein exothermer Prozeß ist, beschäftigen, haben in dieser Beziehung keinerlei Befürchtungen. Wenn die Oxosynthese an dem Sekal-Olefin tatsächlich anomal stark exotherm wäre, so hätte man doch zweifellos diese bereits bei

der größeren Anzahl von Chargen, die wir bisher gefahren haben, bemerken müssen. Es kann ferner der Einwand erhoben werden, daß die Raffination der Ketone eine kostspielige Nachbehandlung erfordert. Die in Rodleben in dieser Hinsicht vorliegenden Erfahrungen haben jedoch gezeigt, daß die Ketonisierung der Vorläuf-säuren ohne Schwierigkeit so zu leiten ist, daß nur eine kleine Säurezahl bleibt, etwa 3-10. Die Entfernung der noch darin enthaltenen Vorläuf-säuren ist ein Prozeß, der nicht die geringsten Schwierigkeiten verursacht. Der Raffinations- und Hydrierungs-verlust wird von Herrn Dr. Prückner, der diese Verhältnisse sehr genau geprüft hat, mit kleiner als 5% angegeben, wobei es außer Frage steht, daß die dabei wiedergewonnene Säure der Ketonisie-rung erneut zugeführt werden kann. Das anfallende Sekal bedarf zur Weiterverarbeitung auf Olefine keiner weiteren Reinigung.

Zum Schluß kann man noch einwenden, daß ja von der Über-wachungsstelle doch keine Vorläuf-säuren für den Nofolprozeß, der zum ersten Male die Gewinnung hochwertiger Waschmittel aus Vorläuf-säuren gestattet, frei-zu-bekommen seien. Man müßte unse-rer Meinung nach in diesem Falle einfach den Weg gehen, daß man diejenigen Mengen an Vorläuf-säuren, die jetzt für die als Wasch-mittel wertlosen Sekalsulfonate gedacht sind, auf den Nofol-prozeß überträgt, denn es ist unserer Meinung nach in der heuti-gen Zeit immer noch besser, ein Waschmittel zu besitzen als nur ein Netzmittel.

Zusammenfassend ist also zu sagen, daß der Nofolprozeß auch in preislicher Beziehung sehr wohl in Wettbewerb mit dem PC-Lorol treten kann. Weiterhin ist zu berücksichtigen, daß der Preis der Primär-Olefine der Ruhrchemie zu RM 38.-/100 kg einge-setzt wird, daß diese Primär-Olefine nur 30%ig im Gemisch mit Paraffinen zur Reaktion gelangen und daß allein die dadurch nötigen Abtrennungsfractionierungen etwa RM 30.-/100 kg Oxo-alkohol erfordern. Auch muß die Apparatsparnis, die evtl. durch den Einsatz von 100%igem Olefin bei der Oxosynthese beim Nofol-prozeß eintritt, berücksichtigt werden.

Dr. Hentrich betont, daß das Verfahren auch kalkulatorisch gün-stig steht, da auch die Wasserabspaltung, z.B. über Al_2O_3 in sehr guter Ausbeute zu Olefinen führt.

Dir. Funck meint dagegen, daß man diese Synthese nicht mit der normalen Oxo-Synthese preislich vergleichen kann; es ergibt sich sonst ein Verhältnis von 0,70 beim normalen Oxoalkohol gegen 1,50 beim Nofol-Verfahren. Außerdem können wir nicht selbst fabrizieren, sondern werden lediglich Olefinlieferant für die Oxogesellschaft.

Dr. Blaser führt aus, daß die Seifen aus solchen Oxoprodukten untersucht wurden und krasse Unterschiede in ihren Eigenschaften aufweisen. So ist z.B. die Seife aus dem Oxoprodukt aus einem C_{16} Olefin, das durch Dimerisation eines C_8 Olefins gewonnen wurde sehr schlecht, was nach Dr. Mannes auf isopalmitinsäureartige Verbindungen deutet.

Dir. Funck betont, daß das Verfahren vom Produktionsstandpunkt aus nicht interessant ist, daß aber den dabei auftretenden Erscheinungen und Reaktionen nachgegangen werden muß.

Dr. Bertsch weist auf die Wichtigkeit hin, einen sicheren Weg zur Verschiebung der Doppelbindung an das Ende der Kette zu suchen.

Dr. Manchot macht auf die Unterschiede bei der Sulfonierung der sekundären Alkohole mit Schwefelsäure und Chlorsulfonsäure aufmerksam.

Dr. Hentrich schlägt vor, daß Prof. Baumgarten, Berlin für die Konstitutionsaufklärung der Olefine eingesetzt wird.

Dr. Blaser weist daraufhin, daß die Verschiebung der Doppelbindung anscheinend ein saures Medium voraussetzt.

Dr. Henkel betont die Wichtigkeit der Konstitutionsaufklärung. Nach seiner Meinung ist das Herstellungsverfahren nicht interessant. Es soll aber nach Dr. Hentrich im technischen Raum schlüsselfertig ausgearbeitet werden. Seine Frage, ob das Verfahren für Vorlaufsäuren C_4 - C_6 Interesse hat, beantwortet Dir. Funck dahingehend, daß die J.G. sich das Oxo-Verfahren mit entsprechenden Olefinen vorbehalten hat und diese stehen nach Dr. Bertsch billiger aus anderen Quellen, z.B. aus der Fischer-Synthese zur Verfügung.

Dr. Blaser führt aus, daß die Dimerisation niedriger Olefine möglicherweise als Quelle für die interessanteren höheren Olefinen infrage kommt.

3) Stand der Untersuchungen über die Waschmittel- und Textilhilfsmittel-Eigenschaften der Enpeol-Sulfonate.
Referent Dr. Lübke - Eigenreferat -.

EPS aus reinen KW-Stoffen: Dodecan, Hexadecan, Octadecan Löslichkeit der Na-Salze besser als die normaler FAS gleicher effektiver Kettenlänge.

Schaumvermögen: Schaummenge nimmt zu bis C₁₈; bei FAS wird Maximum durchschritten, bei C₁₄₋₁₆ Schaumbeständigkeit geringer.

Netzvermögen: erheblich verbessert gegenüber n-FAS, vor allem bei den längerkettigen Produkten.

Netzzeit bei n-C₁₂₋₁₆ 5"-3' }
" " EPS₁₃₋₁₉ 5"-28" } 20°C Untertauchmethode.

Keine ausgesprochenen Netzmittel.

Waschwirkung: Optimum der Wollwaschwirkung (pH 7, 45°C) wird erreicht bei C₁₆₋₁₈, bei n-FAS bei C₁₄₋₁₆, und zwar wird im optimalen Gebiet die vollständige Reinigung durch gleiche Mengen Aktivsubstanz Fewa und EPS erreicht.

EPS aus technischen KW-Gemischen, nämlich

| | | |
|-------------------|-----------|-----------|
| Holtener Dieselöl | 200-320°) | |
| Krupp-Kondensatöl | 200-320°) | gut |
| Krupp-Dieselöl | 280-340° | schlecht. |

Infolge der besseren Kaltlöslichkeit ist das Kaltschaumvermögen besser als bei Fewa.

Schaummengen bei 60°C:

| 0,75 g/l akt. Subst. = 0,5 g/l Fett | 0°DH | 12°DH |
|--|---------|---------|
| Fewa | 580 ccm | 580 ccm |
| EPS-Holten | 440 ccm | 400 ccm |
| Mesapon N | 560 ccm | 190 ccm |

Netzwerkung liegt im Bereich guter Waschmittel, nicht die ausgesprochener Netzmittel.

Die guten EPS erreichen nahezu den Wascheffekt von Fewa. Zur vollständigen Haargarnreinigung (45°C, 0° DH.) werden be-

nötigt: 1,5 g/l Fewa
 1,7 " EPS-Holten
 2,0 " Mesapon N
 3,0 " EPS-Krupp-Diesel.

Weißwaschwirkung 60°C, 0° DH, Tuscheanschmutzung. Abnehmende Reihenfolge: Sekurit - EPS-Holten - Mesapon N. Beanstandet wird der raue Griff von EPS-Weißwäsche.

Der an sich geringere Schaum der Enpeolflotten bleibt nach der Wollwäsche besser erhalten als bei Fewa; EPS erscheint weniger substantiv.

Die salzfreien EPS haben türkischrotölartigen Charakter; legt man Wert auf Verarbeitung zu Pulverprodukten, so macht man zweckmäßig Mischungen mit n-FAS, die sich in gewissen Grenzen zu einwandfreien Pulvern verarbeiten lassen.

Verträglichkeit mit n-Fas (Fewa und Sekurit).

FAS-EPS-Mischungen zeigen stetige Schaumänderung; beide können ohne Schaden gemischt werden. Abgestufte Zumischungen bis zu 40% EPS zu Fewa und Sekurit zeigen, daß in diesen Grenzen die Eigenschaften der reinen FAS praktisch erhalten bleiben. Vergleichsweise sind FAS-Mesapon-Mischungen deutlich schlechter hinsichtlich Schaum- und Waschvermögen.

Gesamturteil:

Die Enpeol-Sulfonate besitzen wertvolle Textilhilfsmittel- und Waschmitteleigenschaften. Sie erreichen die Fettalkoholsulfonate nicht ganz, übertreffen aber das Mesapon deutlich und können infolge ihrer guten Verträglichkeit Fettalkohol in FAS zu einem erheblichen Teil ersetzen.

Auf die Frage von Dr. Manchot nach der Verträglichkeit der Enpeol-Sulfonate mit Seife antwortet Dr. Riehl, daß die beiden Produkte sich nicht vertragen. Eine Mischung aus 70 Teilen

Fettalkoholsulfonat und 30 Teilen Enpeol-Sulfonat zeigt optimale Eigenschaften. Die Produkte backen jedoch bei harten Bedingungen zusammen.

Dir. Funck führt aus, daß bei den wesentlichen Fortschritten, die gegenüber Mesapon erzielt sind schnellstens größere Mengen für Versuche beschafft werden müßten, um insbesondere auch den einwandfreien Nachweis der besseren physikalischen und waschtechnischen Eigenschaften zu führen. Nach Meinung von Dr. Bertsch stört die Nitro-Gruppe noch; Dr. Hentrich gibt an, daß man diese in die Keto-Gruppe überführen kann. Die Hydrierung ist schwierig; die Arbeiten sind in Angriff genommen.

Dir. Funck bittet um einen Vergleich des Verfahrens mit dem Mersolprozeß. Dieser soll nach Dr. Hentrich hinsichtlich der Aufarbeitung schwieriger sein; auch stören die als Nebenprodukte anfallenden Chlorparaffine. Die Mischung aus Schwefeldioxyd und Chlor ist zudem recht unhandlich.

Dr. Bertsch hält den Mersolprozeß, der die gleichen Ausbeuten liefert für einfacher. Auch sind im Kriege sehr schwer zusätzliche Mengen Salpetersäure zu beschaffen. Die Beschaffung des Formaldehyds nach dem Dr. Blaser fragt stößt jedoch auf keine Schwierigkeiten. Gegebenenfalls könnte die J.G. gewisse Stufen des Verfahrens in ihrer Mersolapparatur durchführen.

Dir. Funck betont die Notwendigkeit bald die Reichsbehörden von diesen Arbeiten in Kenntnis zu setzen. Zur Beschaffung von Versuchsmengen sollen 10 kg Enpeol baldigst in Düsseldorf sulfoniert werden; das Sulfonat soll auf seine Pulvereigenschaften unter zu Grundelegung 15%iger Waschpulver untersucht werden. Nach Dr. Bertsch sollen insbesondere Grobwaschpulver untersucht werden deren aktive Substanz

- a) aus 60 - 70% Enpeol-Sulfonat und
40 - 30% Seife
- b) nur aus Enpeol-Sulfonat und
- c) aus einem Gemisch aus Mersol- und
Enpeol-Sulfonat

besteht.

- 4) Stand der Untersuchungen über die Waschmittel- und Textilhilfsmittel-Eigenschaften des Nofatins II.
Referent Dr. Lübke - Eigenreferat -.

Aus reinem Pentadecen-7,8 (C_8 -Säure - C_{15} -Keton - C_{15} -OH - C_{15} -en \rightarrow oxo).

Das Sulfonat läßt sich mit Äther in eine kristallisierte schwerlösliche und eine wachsartige leichterlösliche Komponente trennen.

Die Ae-schwerlösliche Komponente übertrifft Fewa in ihrem Schaum- und Waschvermögen. Sie nähert sich in ihren Eigenschaften dem Oleyl-Na-Sulfat, der Weißwaschtest liegt etwa wie beim Hexadecyl-Na-Sulfat. Hat keine ausgesprochenen Netzmitteleigenschaften.

Die Ae-leichtlösliche Komponente erreicht im Schaum- und Waschvermögen Fewa nicht, sie ist aber auch kein Netzmittel. Nach unseren bisherigen Feststellungen über die Zusammenhänge zwischen Konstitution und Waschwirkung muß geschlossen werden, daß in dem Ae-schwerlöslichen Anteil keine mittelständige $NaO_2S.O.CH_2$ -Gruppe vorhanden sein kann, sondern daß im Verlauf der Synthese eine Wanderung der reaktiven Gruppe nach dem Kettenende zu eingetreten ist.

Aus Sekal C_{13-17} (im Mittel C_{15} , nicht Ae-zerlegt).

Schaum- und Waschvermögen: gleichwertig Fewa (Schaumbeständigkeit etwas geringer).

Netzvermögen ($20^\circ C$): für 10" Netzzeit werden gebraucht 3,5 g Fewa-Fett - 1,2 g Nofatin-Fett - 0,75 g Tergitol-Fett. Auf Grund seiner hervorragenden Textilhilfsmittel- und Waschmittel-Eigenschaften ist Nofatin II als erstes Produkt aus Vorlaufsäuren imstande, Lorolsulfonat in Fewa, Gardinol und anderen Vollwertig zu ersetzen.

Anwendung für textilen Bedarf zweckmäßig in Form von Paste, da das zerstäubte Produkt leicht zusammenbackt. Aus dem gleichen Grunde ist es vorläufig zweckmäßig, im Fewa-Pulver nur

einen Teil des FA durch Nofol zu ersetzen. Die für die Erzielung einer günstigen Pulverbeschaffenheit erlaubten Mischungsverhältnisse müssen noch durch Versuche ermittelt werden.

5) Über den praktischen Wert der Kondensationsprodukte aus Fettalkoholen und Äthylenoxyd auf den verschiedensten Interessengebieten der Henkel-Gruppe.

Referent Dr. Lübke - Eigenreferat -.

Äthylenoxydkondensate aus
=====

PC-Lorol, Cocoslrol, Ocenol, Stenol mit 5-30 Ä-O.

Textilgebiet:

Löslichkeit: Mit steigendem Ä-O-Gehalt nimmt die Öllöslichkeit ab, die Wasserlöslichkeit zu. Trübungstemperatur; steigt mit Ä-O-Gehalt, wird durch anorganische Salze herabgesetzt, durch Majamin heraufgesetzt. (Wichtig bei Auswahl der Produkte nach Anwendungstemperatur).

Waschvermögen: Gute Produkte werden erreicht beim

Lorol mit 15 Mol Ä-O (23% Fett)

Ocenol mit 20 Mol Ä-O (23% Fett)

Stenol mit 30 Mol Ä-O (17% Fett, fettgünstigstes Produkt).

Die Waschwirkungen stimmen praktisch überein (45°C Haargarn) und decken sich in mittleren Gebrauchskonzentrationen mit akt. Substanz Fewa (67% Fett).

Weißwaschoptimum laut Test bei 60°C generell bei etwa 20 Mol Ä-O erreicht; unter Berücksichtigung der höheren Waschetemperatur bei Kochwäsche und des Trübungspunktes 20-30 Mol Ä-O erwünscht.

In niedrigen Konzentrationen besser als Sekurit, in mittleren Gebrauchskonzentrationen gleichwertig.

Schaumvermögen: Schaummenge und Schaumbeständigkeit sind mangelhaft. Das Maximum wird bei ca. 15 Mol Ä-O erreicht; 2 g/l bei 60°C liefern in der Lochscheibenapparatur 300-400 ccm

gegen 620 com bei Fewa; Zerfallzeit günstigstenfalls 4' gegen 10' bei Fewa.

Netzwerkung unbedeutend. Eventuell kommt in Frage Cocoslorol mit 7 Ä-O für Netzmittelkombinationen.

Kalkseifendispergiervermögen: Optimal ist Cocoslorol + 8 Ä-O, die Wirkung ist schlechter als bei Gardinol OTS und Jgepon T. Aus früheren Untersuchungen ist bekannt, daß in diesem Falle eine möglichst scharfe Fraktionierung des C₁₂-Alkohols anzustreben ist.

Avivage: Die 5 Mol-Produkte verleihen, unabhängig von der Art des Fettalkohols, knirschenden Griff.

Mineralölemulgierung: Versuche noch nicht abgeschlossen. Mit den ohne Rückstand öllöslichen Produkten: Ocenol und Stenol + 5 Ä-O lassen sich mit 10% Ä-O-Kondensat als Emulgator gute Paraffinölemulsionen herstellen. Die Emulsionen mit Stenolkondensat sind viskoser als die mit Ocenolkondensat. Die Versuche sollen weitergeführt werden mit Kondensaten unter 5 Mol Ä-O, die restlos öllöslich sind.

Alle textilstischen Aufgaben, für die Ä-O-Kondensate besonders geeignet sind, lassen sich mit 2 Produkten lösen: Stenol mit 5 und mit 30 Mol Äthylenoxyd.

Gegen ein Produkt: Stenol + 30 Ä-O ist auch vom Standpunkt des Weißwäschers nichts einzuwenden hinsichtlich seiner Waschkraft. Zu beanstanden ist lediglich seine geringe Schaumkraft, und es erscheint ratsam, Ä-O-Produkte in der Weißwäsche lediglich als Vorwaschmittel einzusetzen, weil im Kochgang Produkte mit guter Schaumentwicklung allein aus mechanischen Gründen den Vorszug verdienen.

Austauschmöglichkeiten für J-G.-Ä-O-Handelsprodukte:

| | | | |
|---|---|---|--|
| Textilwäsche | Jgepale | Lorol + 15 Ä-O Ocenol+ 20 " <u>Stenol+ 30 "</u> | Stenol + 30 Ä-O ist das fettgün- stigste. |
| Öllösliche Emul- gatoren, nicht für Mineralöl | Emulphor O und EL | Ocenol+ 30 Ä-O <u>Stenol+ 30 Ä-O</u> | |
| Mineralöl- schmälze | Servital | Ocenol+ 5 Ä-O <u>Stenol+ 5 Ä-O</u> | |
| Seidengriff- Avivage | Soromin SG | Lorol + 5 Ä-O Ocenol+ 5 Ä-O <u>Stenol+ 5 Ä-O</u> | Der gleiche Ef- fekt wird er- zielt, wenn man höherkond. Ä-O- Produkte mit freiem FA ver- schneidet. |
| Färbereihilfs- mittel, Egalisierung etc. | Diazopon A Peregal O Palatinecht- sals O | Lorol + 15 Ä-O Ocenol+ 20 Ä-O <u>Stenol+ 30 Ä-O</u> | Interessenge- biet der J.G. |

Lederfettung:

Fettungsversuche mit 5% v. Ledergewicht einer Mischung aus:
70 Lederavirol HL (Haitran mit 10% Schwefelsäure).
30 Spermöl resp. Ä-O-Kondensat.

An Stelle von Spermöl erwiesen sich als sehr brauchbar Cocos-
und PC-Lorol mit 5 Ä-O. Emulsionsbeständigkeit besser als mit
Spermöl, Fettaufnahme gut, Lederbeschaffenheit gut; bei Ocenol
und Stenol zu trocken. Die Versuche werden im größeren Maß-
stabe weitergeführt.

Waschgebiet:

Die Kondensate sind zu weich und schmierig, bei mehr als 10 Mol
Ä-O wird die Löslichkeit in Wachsösern zu gering. Emulgierwir-
kung gegenüber üblichen Wachsstoffen zu schlecht. Polyglykol-
Fettsäureester zu weich. Von Interesse könnten sein: Montan-,

Adipin-, Wein-, Phthalsäureester. Beurteilung insgesamt negativ.

Lackrohstoffgebiet:

Die orientierenden Vorversuche haben gezeigt, daß die A-O -Produkte auf dem Gebiet der Lackrohstoffe durchaus von Interesse sind. Geprüft wurden bisher: Verträglichkeit mit Filmbildnern, Mischbarkeit mit Harzen, Ölen, Weichmachern, Lösungsmitteln, sowie Emulgiervermögen für wässrige Emulsionen von Harzen, Ölen, Weichmachern und Lösungsmitteln.

Kosmetik:

Die A-O -Kondensate sind generell gute O/W-Emulgatoren; ihre Emulgierkraft nimmt ab mit steigender A-O -Kette. K 285 = Dodecylalkohol + 5 A-O wurde bereits unter die kosmetischen Grundstoffe aufgenommen (Emulgade F).

Reinigungsmittel:

Untersuchungsbefund steht noch aus.

Dr. Hentrich fragt an, ob die Arbeiten auf dem Lackgebiet wegen des geplanten Vertrages mit der J.G. (Polyglykoläther-Abkommen) aussichtsreich sind. Das wird von Dr. Henkel, Dr. Bertsch und Dr. Raecke verneint.

- 6) Bericht über die im technischen Versuchsraum Rodleben z. Zt. durchgeführten Fabrikationsprozesse und Versuchsarbeiten, soweit sie aus den Arbeiten des Forschungslaboratoriums hervorgegangen sind.

Referent Dr. Lütgert - Eigenreferat -.

Wenn ich nun auf die laufenden Arbeiten des T.R.W.'s zu sprechen komme, so muß ich zunächst einige Bemerkungen vorausschicken.

Bei seiner Gründung wurden dem T.R.W. zwei Aufgabekreise zugeschrieben:

- 1) Die Herstellung einer Reihe von Feinchemikalien;

2) Die Ausarbeitung und Weiterentwicklung der vom Forschungslaboratorium geschaffenen Produkte.

Die erste Aufgabe ist sehr mannigfaltiger Art; sie umfaßt zunächst die exakte Fraktionierung von Fettalkoholen und Fettsäuren zu definierten reinen Individuen. Die Nachfrage nach solchen reinen Alkoholen und Säuren ist auch jetzt im Kriege außerordentlich groß; das zeigen zwei Zahlen: Wir destillierten im Jahre 1939 19 000 kg Alkohole und Säuren, und im Jahre 1940 29 000 kg. Für diese Fabrikation wurden in unserem Destillierraum 2 kleine kupferne Destillierblasen 60 Ltr. und 200 Ltr. und 2 große Monelblasen 500 Ltr. und 1 200 Ltr. aufgestellt. Von den beiden Monelblasen können wir zur Zeit nur die 1 200 Ltr.-Blase für diesen Zweck einsetzen. Auf die Verwendung der 500 Ltr.-Blase komme ich noch zu sprechen.

Neben dieser, mengenmäßig gesehen, größeren Aufgabe läuft die Herstellung einer Reihe von hydroaromatischen Kohlenwasserstoffen, Alkoholen und Ketonen. Die Mengen, die von diesen Produkten hergestellt werden, sind gering.

Unsere beiden großen Autoklaven, 100 Ltr. 100 atü und 30 Ltr. 300 atü, bewältigen die Hydrieraufgaben, die die Arbeiten stellen. Für die notwendigen Destillationen genügten meist die schon erwähnten kleinsten Destillierblasen zu 60 und 200 Ltr. Für die außerdem in diesem Zusammenhang auszuführenden Arbeiten stehen einige Rührkessel und kleinere Blasen zur Verfügung.

Für die zweite Aufgabe, die Entwicklung der vom Forschungslaboratorium ausgearbeiteten Produkte, stehen uns eine Reihe von möglichst universell gehaltenen Apparaten aus verschiedenem Material zur Verfügung. Ich erwähne hier nur die hauptsächlichsten:

2 Remanitblasen von 250 und 500 Ltr., die sowohl für Umsetzungen als auch für Destillationen geeignet sind.

Je eine Umsetzungs- und Destillierblase zu 75 Ltr. aus V2A und aus Monelmetall.

2 Umsetzungs- und Destillierblasen aus Emaille zu 200 und 500 Ltr.

4 emaillierte Rührgefäße mit Heiz- und Kühlmöglichkeit zu 250 Ltr., 1 ebensolche zu 70 Ltr.

3 eiserne Rührkessel mit Heizmöglichkeit zu 1 000 Ltr., zu 250 und zu 70 Ltr.

1 Rührautoklav 8 atü 375 Ltr. mit Destilliervorrichtung.

1 Rührautoklav 8 atü 3 000 Ltr.

Verschiedene Filterpressen und sonstige Nebenapparate, wie Trockenschränke u. dgl., von denen allerdings einige noch ihrer Aufstellung harren.

Im großen und ganzen also eine Ausstattung, die manchen Anforderungen gewachsen ist und auch weiterhin gewachsen wäre, wenn nicht die Arbeiten im T.R.W. der Zeitumstände wegen eine andere als die ursprünglich beabsichtigte Entwicklung genommen hätten. Eine Reihe von Produkten nämlich, die der T.R.W. vor kürzerer oder längerer Zeit in seine Obhut zwecks Weiterentwicklung übernommen hatte, sind auch dann, als wir sie bis zur Betriebsreife entwickelt hatten, bei uns geblieben, so daß wir uns in unserer, ihrer Kapazität nach oben kurz umrissenen Anlage, auf eine regelmäßige Herstellung dieser Produkte haben einrichten müssen. Wir haben also nun neben den anderen oben genannten Aufgabenzweigen einen weiteren hinzubekommen: Die Produktion einiger der von uns entwickelten Produkte. Von diesem Aufgabenzweig möchte ich nun berichten. Ich gehe nach dem Alter der Produkte vor. Da sind zunächst die

Äthylenoxydkondensationsprodukte:

Athoxal 271, Athoxal 291 und Athoxal 285.

Athoxal 271, Lorol $C_{12}-C_{16}$ mit 12 Mol Äthylenoxyd, geht im wesentlichen als Netzmittel in einen P_3 -Reiniger von Henkel. Einen kleineren Teil bekommt die Firma Böhme für ihr Astorit.

Athoxal 291, Lorol $C_{12}-C_{16}$ mit 5 Mol Äthylenoxyd wird partiell sulfoniert und geht ebenfalls als Netzmittel in einen P_3 -Reiniger.

Athoxal 285 dient neuerdings zur Herstellung der Emulgade F, die an die Stelle von Emulgade 545 getreten ist.

Die Herstellung der Äthylenoxydkondensationsprodukte ist verhältnismäßig einfach. Sie findet in dem 3 t Autoklav statt. Zur Anfuhr des notwendigen Äthylenoxyds haben wir 13

Großbehälter, die zusammen 3 t Äthylenoxyd fassen. Die J.G. ist zur Zeit bereit, uns bis zu 5 t Äthylenoxyd im Monat zu liefern. Wir könnten in dem zur Verfügung stehenden Autoklaven ca. 10 t im Monat verarbeiten. Unsere Arbeitsgeschwindigkeit ist lediglich begrenzt durch die Geschwindigkeit, mit der wir das Äthylenoxyd mit Hilfe unserer Großbehälter von der J.G. herankommen. Sie beträgt, wie die Erfahrungen gezeigt haben, bei geordnetem Transportverhältnissen ca. 1,5 t/Monat.

An zweiter Stelle ist zu nennen das Produkt

Quartolit (Re 297),

das Desinfektionsmittel, das den wesentlichen Bestandteil des Quartamons der Firma Schülke & Mayr ausmacht. Unsere Produktion beträgt zur Zeit 0,5 t/Monat. Ich schildere Ihnen kurz das Verfahren und nenne Ihnen dabei diejenigen unserer Apparate, die dadurch belegt werden.

- a) Herstellung von Chloressigsäurebutylester in einer Emailleblase. Unsere 500 Ltr. Emailleblase ist dadurch 3 Tage besetzt.
- b) Umsatz des Chloressigsäurebutylesters mit Dimethylamin zu Base I. Eiserner Rührkessel 1 000 Ltr., 1,5 Tage im Monat.
- c) Trennung der Base I von Benzol durch Destillation. 500 Ltr. Remanitblase, 2,5 Tage/Monat.
- d) Umsatz der Base I mit Dodecylamin zu Base II. 375 Ltr. Eisenautoklav, 2,5 Tage/Monat.
- e) Destillation der rohen Base II. 500 Ltr. Remanit, 4 Tage/Monat.
- f) Umsatz der Base II mit Benzylchlorid zu Quartolit. 250 Ltr. Remanitblase, 8 Tage/Monat.
- g) Abfiltrieren des Quartolits vom Lösungsmittel, Waschen und Trocknen.
- h) Destillation der Lösungsmittel.

Das für die Fabrikation notwendige Dodecylamin stellen wir in einer eigens dafür errichteten Anlage aus Dodecylalkohol und Ammoniak her. Mit ihr können wir zur Zeit ca. 2 t im Monat erzeugen. Unser Bedarf beträgt bei einer Produktion von 0,5 t Quartolit/Monat 315 kg Dodecylamin/Monat.

Quartamon dient vor allem zur Desinfektion der Hände

des Arztes vor chirurgischen Eingriffen und zur Sterilisation ärztlicher Instrumente. Der Wunsch von Schülke & Mayr geht seit langem dahin, mehr als die vertraglich vereinbarte Menge Quartolit abzunehmen. Eine Mehrproduktion ist uns aber bei den geschilderten Verhältnissen im T.R.W. unmöglich.

Dem Quartolit sehr verwandt in seinem Fabrikationsgang ist das Setilonsalz, das wir für das Setilon der Firma Böhme liefern. Die Lieferungen sind zur Zeit unregelmäßig, so daß Mengenangaben nicht gemacht werden können. Ich beschreibe den Verfahrensgang:

- a) Veresterung von Chloressigsäure mit Stenol. 500 Itr. Emailleblase.
- b) Umsatz des Chloressigsäurestenolesters mit Trimethylamin. 1 000 Itr. Eisenkessel.
- c) Abpressen des Setilonsalzes von der Mutterlauge, mit der Filterpresse und hydraulischer Presse.
- d) Zerkleinern und Trocknen.

Neben dem Quartolit beschäftigt uns ein anderes wichtiges Desinfektionsmittel, das Phenol BP. Wir fabrizieren davon zur Zeit ca. 1,0 - 1,5 t/Monat. Es geht vorläufig zum größten Teil in ein für die Wehrmacht wichtiges Desinfektionsmittel der Firma Schülke & Mayr, die es später als desinfizierenden Bestandteil des Sagrotans verwenden wird. Aber auch an anderen Stellen wird seine Verwendung geplant. So hat z.B. die Lederabteilung der Firma Böhme sehr erfolgversprechende Versuche damit auf ihrem Gebiet gemacht, desgleichen die Klebstoffabteilung der Firma Henkel.

Die Herstellung verläuft folgendermaßen:

- a) Chlorierung von Phenol mit Sulfurylchlorid. 250 Itr. Emailleblase, 7 Tage.
- b) Destillation von Chlorphenol. 500 Itr. Monelblase, 5 Tage.
- c) Herstellung von Methylbenzyläther. 500 Itr. Remanitblase, 18 Tage.
- d) Destillation von Methylbenzyläther. 200 Itr. Kupferblase, 10 Tage.
- e) Kondensation von p-Chlorphenol mit Methylbenzyläther. 250 Itr. Emailleblase, 26 Tage.

- f) Destillation des Endprodukts.
500 Ltr. Monelblase, 26 Tage.

Neben diesen z.Zt. laufend hergestellten Produkten ist noch eins zu erwähnen, das zwar von uns nicht mehr hergestellt wird, sondern bereits an das Werk III abgegeben wurde: Das Produkt K 295, die Äthercarbonsäure des Alkohols C 79. Für seine Darstellung hatten wir im T.R.W. auf Grund der Laboratoriumsvorschrift folgendes Verfahren entwickelt:

- a) Herstellung des Natriumalkoholats von C 79 Alkohol durch Einwirken von Natrium auf diesen Alkohol. Den dabei entstehenden Wasserstoff ließen wir ungenützt abblasen.
- b) Umsatz des Natriumalkoholats mit Chloressigsäure.
- c) Abtrennen des überschüssigen Alkohols.
- d) Reinigung und Destillation der freien Säure.

Das Werk III gestaltete das Verfahren wesentlich eleganter und ökonomischer dadurch, daß die erste Stufe gekoppelt wurde mit der in der R-Anlage ausgeführten Reduktion von Ölsäure zum Oleinalkohol nach Bouveault-Blank. Dadurch, daß man den bei der Herstellung des Alkoholats freiwerdenden Wasserstoff zum größten Teil zur Reduktion der Ölsäure verwendet, läßt man diese für die Herstellung von K 295 notwendige Reaktion als Nebenreaktion bei der Ölsäurereduktion laufen. Erst auf diese Weise ist die Herstellung größerer Mengen Äthercarbonsäuren überhaupt lohnend und interessant geworden.

Sie ersehen aus dieser kurzen Zusammenstellung wohl ohne weiteres, daß eine Reihe der Apparaturen des T.R.W.'s mehr oder weniger ausschließlich für Produktionsaufgaben zur Verfügung stehen und damit den eigentlichen Aufgaben des T.R.W.'s entzogen sind. Das erscheint im Augenblick vielleicht nicht so bedenklich, da die Menge der uns vom Forschungslabor anvertrauten Arbeiten im Kriege naturgemäß nicht so groß sein kann wie im Frieden. Für die Zukunft aber muß eine Abhilfe geschaffen werden. Es sind daher auch schon Vorbereitungen getroffen worden, um die hauptsächlichsten Produkte, Quartolit, Phenol BP und Setilonsalz aus dem T.R.W. wegzulegen. Diese Aufgabe ist um so dringender, als wir damit rechnen müssen, daß eine Reihe von Produkten, die wir im T.R.W. in den

letzten Jahren entwickelt haben, voraussichtlich nach Beendigung des Krieges aufgenommen werden muß. Da wären besonders zu erwähnen die Gerbstoffe S 63, S 65, S 72 und S 124; die Herstellung des letzten wird vielleicht auch schon im Kriege akut werden. Ferner das Hydrophobierungsmittel Et 199 und ein wasserlösliches Hydrophobierungsmittel. Man muß ebenfalls annehmen, daß auch ein Teil der im Augenblick ruhenden Produkte wieder aufgenommen werden wird, z.B. Ka 122, K 237. Außerdem müssen wir uns auf die Destillation von Alkylchloriden, die früher wesentliche Teile unserer Kapazität in Anspruch nahmen, einrichten.

Es steht also für unseren eigentlichen Aufgabenkreis, für die Entwicklungsarbeit, nur ein bescheidener Raum zur Verfügung, und es ist zur Zeit oft nur sehr schwer möglich, von einem zu entwickelnden Präparat auf einmal größere Mengen für Versuchszwecke herzustellen.

Ich komme nun auf einen Teil der Arbeiten zu sprechen, die uns im Rahmen dieses unseres eigentlichen Aufgabenkreises zur Zeit neben den vorher schon ausführlich geschilderten noch beschäftigen; die restlichen Arbeiten wird Dr. Hentrich in späteren Referaten nennen.

Ich möchte zunächst ein Produkt erwähnen, dessen Entwicklung im wesentlichen als abgeschlossen betrachtet werden kann: das Hydrophobierungsmittel Et 199 und den Gerbstoff S 124.

Et 199 / 18-Pentatriakontylisocyanat.

Seine Darstellung ist, verglichen mit dem früher von uns hergestellten benzinlöslichen Hydrophobierungsmittel Et 17, verhältnismäßig einfach. Sie führt über folgende Stufen:

Stearinsäure

Diheptadecylketon

18-Pentatriakontylamin

18-Pentatriakontylisocyanat.

Entgegen den ursprünglichen Vorschlägen haben wir das Diheptadecylketon nach der von Grün angegebenen Methode - Erhitzen von Stearinsäure mit Eisenspänen - dargestellt. Wir haben die von Grün angegebene Temperatur etwas erhöht und haben dabei sehr gute Erfolge erzielt: Ausbeute 95% und mehr. Die

Überführung in das Amin nehmen wir nach einem bekannten Verfahren vor: Erwärmen des Ketons mit Ammoniak und Wasserstoff in Gegenwart eines geeigneten Katalysators. Das Amin reagiert mit Phosgen auf einem von uns viel beschrittenen Weg zu dem entsprechenden Isocyanat.

Die Herstellung von Et 199 in dem vorläufig vorgesehenen Rahmen macht für uns, apparativ gesehen, keine Schwierigkeiten.

Für die Ketonisierung steht unser 120 l fassender Sicromalautoklav zur Verfügung. Die nachfolgende ammoniakalische Hydrierung nehmen wir in unserem 100 l Autoklav vor. Hier ist die engste Stelle des Verfahrensganges. Dieser Autoklav wird noch für eine ganze Reihe anderer Arbeiten benötigt.

Als letztes der uns zur Zeit beschäftigenden Versuchsprodukte möchte ich das Hexamethyldiamin erwähnen. Wir stellen diesen z.Zt. außerordentlich interessierenden Körper auf folgendem Wege dar:

Adipinsäure

Dipinsäuredibutylester

Hexandiol

Dichlorhexan (1,6)

Diaminohexan (1,6).

Solange es sich bei dieser Produktion um kleine Mengen handelt, sind wir in der Lage, sie durchzuführen. Die Produktion größerer Mengen im T.R.W. ist weder möglich noch rationell. Es werden deswegen in anderen Abteilungen des Werks Methoden ausgearbeitet, die das Endziel auf einem kürzeren Wege erreichen sollen.

Neben diesen geschilderten drei Aufgabenkreisen ist in der letzten Zeit noch ein vierter hinzugekommen. Wir fertigen für das Forschungslaboratorium hier und da größere Mengen von Präparaten an, für deren Herstellung die im Laboratorium zur Verfügung stehenden Hilfsmittel nicht mehr ausreichen. Aber wir hatten auch bis dahin leider nur ein Laboratorium, das für solche Ansprüche allermeistens zu klein ist und für einen Betrieb, dessen kleinste Einheiten wiederum für solche Zwecke oft schon reichlich groß sind, und da sie das auch für viele unserer Ent-

wicklungsarbeiten sind, so sind wir darangegangen, uns allmählich ein regelrechtes Technikum aufzubauen, indem wir Apparate zusammenstellten, die den Labormaßstab oft schon recht erheblich überschritten, für einen Betrieb aber, sowohl in Bezug auf ihre Größe als auch in Bezug auf den gewählten Werkstoff, nicht geeignet sind. Wir beschaffen uns nämlich eine Reihe von Reaktions- und Destillationsgefäßen aus Glas und aus Porzellan, wie sie heute von der in Frage kommenden Industrie in außerordentlich geeigneten Formen und Größen in den Handel gebracht worden. Wir haben seit kurzem auch einen geeigneten Raum zur Verfügung, in dem wir, so hoffe ich, in einiger Zeit trotz der im Augenblick schwierigen Lagen den Beginn eines Technikums schaffen können, das den an uns gestellten Ansprüchen wenigstens einigermaßen gerecht werden kann.

Dr. Henkel meint, daß eine Vergrößerung des T.R.W. wohl nötig sei. Auf seine Frage nach der Anzahl der Gefolgschaftsmitglieder teilt Dr. Lütgert mit, daß für den T.R.W. 23 und für das Laboratorium 7 Gefolgschaftsmitglieder vorhanden sind.

Dr. Hentrich führt ein Muster Nylon-Faser vor.

Dir. Feldrappe berichtet über die Absicht einer Zusammenarbeit mit einer Kunstseidenfirma Phrix auf dem Gebiet "Herstellung vollsynthetischer Fasern", wobei die Dehydag insbesondere Arbeiten auf dem Rohstoffgebiet leisten soll. Genaue Vorschläge liegen noch nicht vor.

7) Entwicklung auf dem Gebiet der Jgellitweichmacher.

Referent Dr. Hentrich - Eigenreferat -.

Auf Grund des 1. Vierjahresplanes wurde die Entwicklung von Kunststoffen, die nichteinheimische Naturprodukte zu ersetzen vermochten, vorwärtsgetrieben und es gelang, eine Reihe von synthetischen organischen Kunststoffen auf der Basis der Vinylgruppe, $\text{CH}_2 = \text{CH}-$ zu schaffen, die sich in kurzer Zeit eine breite Front von Anwendungsmöglichkeiten eroberte. Die heute auf dem Markt befindlichen Kunststoffe der genannten Art bilden ein vielgestaltiges Bild. Von harten spröden harzartigen Körpern über pulverförmige bis zu weichen

zählen Produkten sind Zwischenstufen zu finden und demgemäß erstrecken sich die Anwendungsmöglichkeiten auf die verschiedensten Industrien und die mannigfaltigsten Fertigfabrikate. Unter den auf dem Markt befindlichen Kunststoffen der genannten Art haben sich vor allem drei Modifikationen große Anwendungsgebiete erobert:

- 1) die Derivate des Butadiens (Buna),
- 2) die Vinylderivate (Mowilith, Jgelit, Mipolam, Vinifol usw.),
- 3) die Derivate der Akrylsäure (Plexigum).

Die praktischen Anwendungszwecke sind jedoch sehr differenziert, sodaß die Kunststoffe im einzelnen Falle jeweils den Erfordernissen der Praxis angepaßt werden müssen und zur Ausbildung bestimmter Eigenschaften wiederum einer Reihe von Hilfsstoffen bedürfen. Insbesondere trifft dies zu für die Ausbildung der den praktischen Anforderungen entsprechenden Elastizität.

Es mußten also Produkte geschaffen werden, die gestatten, die vorliegenden wenig elastischen Kunststoffe ohne Beeinträchtigung ihrer sonstigen Qualitäten je nach Erfodernis plastisch oder elastisch zu gestalten. Dies ist die Aufgabe der Plastifikatoren oder Weichmacher.

Die Rolle des Weichmachers sei an einigen Beispielen demonstriert: Die unter dem Namen Jgelit auf dem Markt befindlichen Vinylpolymerisate liegen in Form eines lockeren weichen Pulvers vor, das bei ca. 160°C auf Walzen zu einem homogenen transparenten Film ausgewalzt werden kann. Nach dem Erkalten auf Zimmertemperatur geht die Elastizität des Filmes erheblich zurück und bei Abkühlen bis -20°C wird der Film springhart. Durch diese "Temperatursprüdigkeit" wird die Anwendungsmöglichkeit des physikalisch (elektrisch) und chemisch sehr gute Eigenschaften aufweisenden Filmes ausserordentlich beschränkt. In diese Bresche springen nun die Plastifikatoren und ergeben in Mischung mit dem Kunststoff Filme, die auch bei tiefen Temperaturen gute d.h. genügende Elastizität aufweisen.

Das unter dem Namen Perbunan gehandelte Butadienpolymerisationsprodukt läßt sich auf Grund seiner "inneren" Sprüdigkeit nur schwer auf der Walze zu Mischungen verarbeiten. Durch den

Zusatz von Elastifikatoren wird der Mischprozess erheblich erleichtert und beschleunigt.

Das durch den Plastifikator einerseits verbesserte bzw. in seinem Anwendungsbereich verbreiterte Produkt darf andererseits jedoch durch den Plastifikator in seinen sonstigen Eigenschaften nicht beeinträchtigt werden. Der Vielzahl der Bedingungen, die von der Praxis an die Kunststoffe gestellt werden, unterliegen die Plastifikatoren in vielen Fällen noch in erhöhtem Maße und es sei in diesem Zusammenhang kurz auf die Forderungen eingegangen, die an einen Plastifikator der genannten Art gestellt werden:

- 1) Verträglichkeit, d.h. der Plastifikator muß mit dem jeweiligen Kunststoff in jedem Verhältnis mischbar sein,
- 2) Unflüchtigkeit, d.h. der Plastifikator darf auch bei erhöhter Temperatur (bis zu 160°C) nicht flüchtig sein,
- 3) Widerstandsfähigkeit, d.h. der Weichmacher muß wasserfest, in manchen Fällen laugen- und säurefest sein,
- 4) Stabilität, d.h. der Plastifikator darf sich während der Verarbeitung nicht in seiner inneren Struktur ändern,
- 5) Kältefestigkeit, d.h. der Weichmacher darf auch bei tiefen Temperaturen (bis -30°C) in seiner Plastifizierwirkung nicht absinken,
- 6) hoher elektrischer Widerstand, d.h. der Plastifikator muß hohe Isolationswerte ergeben.

Es gelang nun, aus einer großen Zahl von neu ausgearbeiteten und aufgebauten Verbindungen, fast ausschließlich esterartiger Natur eine Anzahl herauszuschälen, die den durch die Praxis gestellten Anforderungen weitgehend gerecht wurden. Folgende Produkte der Dehydag wurden im Laufe der letzten 2 - 3 Jahre für das genannte Anwendungsgebiet in die Praxis eingeführt:

- 1) Dilaurylphthalat (Dikosol)
- 2) Tetrahydrofurfuryloleat
- 3) Phthalsäureester der Vorlaufalkohole $\text{C}_7\text{-C}_9$
- 4) Adipinsäureester der Vorlaufalkohole $\text{C}_7\text{-C}_9$
- 5) Vorlaufsäure $\text{C}_7\text{-C}_9$ -ester des Thiodiglykols (di)
- 6) Vorlaufsäure $\text{C}_7\text{-C}_9$ -ester des Glycerins (tri).

Die Fabrikation des unter 1) genannten Produktes wurde mit Anfang des Krieges aus Rohstoffgründen eingestellt. Die Herstellung einiger der genannten Produkte konnte aus derzeitigen Rohstoffgründen noch nicht aufgenommen werden. Der Phthalsäureester der Vorlaufalkohole und der Ölsäureester des Tetrahydrofurfurylalkohols wird z. Zt. bis zur vollständigen Ausnützung der uns zur Verfügung stehenden Kapazität hergestellt. Diese beiden Produkte werden in der Praxis zum größten Teil zur Herstellung von Kabelisoliermassen auf Basis Jgelit PCU verwendet. Praktisch wird die Kabelummantelung etwa folgendermassen ausgeführt. Das Jgelit PCU in Pulver wird mit der berechneten Menge an Weichmacher und Farbstoff in einem Mischer bei normaler Temperatur bis zur Gleichmässigkeit gemischt und diese Mischung auf heissen Kalandern solange verwalzt, bis die homogen durchgefärbte und plastifizierte Masse zu ca. 5 mm starken Platten ausgezogen werden kann. Die so erhaltenen Platten werden in Vierecke von ca. 3x5 cm Kantenlänge zerschnitten und diese dann in der Spritzpresse durch eine elektrisch beheizte Düse auf die Kabelseele aufgespritzt.

Die mit den Weichmachern der Dehydag hergestellten Kabelummantelungen ergeben Kältebiegewerte der Massen bis zu -30°C . In ihren elektrischen Eigenschaften, die mittels einer Prü fzelle und eines Galvanometers auf ihren elektrischen Widerstand gemessen werden, sind sie den bis heute auf dem Markt erschienenen Konkurrenzprodukten ebenfalls überlegen. Ihre Verwendung beschränkt sich jedoch nicht nur auf die Herstellung von Kabelmassen, sondern sie dienen auch zur Herstellung von elastischen Filmen der verschiedensten Art, z.B. für Bekleidungs zwecke, für Kunstleder, für Imprägnierungen, für Galanteriewaren, Flugzeugausstattung, Wagenplane.

Von den genannten und in die Fabrikation übernommenen Produkten wurden bis Ende 1940 dem Verbrauch zugeführt:

| | | | |
|---------|-----|----|---------------------------|
| Dikosol | 52 | to | } ergibt zusammen 328 to. |
| ED 140 | 182 | to | |
| ED 242 | 94 | to | |

Der Verbrauch der Produkte war seit dem Zeitpunkt, an dem sie auf den Markt kamen (1938 - 1939) in dauernd steigender Linie und wurde bei Ausbruch des Krieges einerseits durch die Rohstofflage andererseits durch die Erreichung unserer Fabrikations-Kapazität seitdem auf einer Höhe von 28-30 Motos fixiert. Die zukünftige Entwicklung des genannten Gebietes dürfte wie folgt vorausszusehen sein:

Die Verbraucher von Kunststoffen und die Hersteller von Fertigfabrikaten auf Basis Kunststoffe stehen ohne Ausnahme auf dem Standpunkt, daß auch nach dem Kriege mit dem Einsatz von Kunststoffen in größtem Maßstabe zu rechnen sein wird. Im civilen Sektor werden z.B. die Polyvinylkunststoffe sich immer mehr durchsetzen und sich neue Anwendungsgebiete erobern. Es wird demgemäß mit einem erhöhten Bedarf an Plastifikatoren zu rechnen sein.

Andererseits wird die Konkurrenz versuchen, unseren derzeitigen Vorsprung einzuholen und es ist daher notwendig, weiterhin mit aller Energie an dem Problem weiterzuarbeiten, um den gewonnenen Vorsprung zu halten. Wir weisen in diesem Zusammenhang auf neue, vom Forschungslaboratorium ausgearbeitete und in Prüfung befindliche Produkte hin, die bei guter Verträglichkeit mit Jgelit, geringer Flüchtigkeit und guter Kältefestigkeit elektrische Werte besitzen, die ein Vielfaches der Werte bei den bisherigen Jgelitweichmachern betragen. Während z.B. der Phthalsäureester der Vorlaufalkohole C₇-C₉ durchschnittliche Megohmzahlen von 400 aufweist, liegen die Werte bei den neuen Erzeugnissen bei 20 - 80 000; das sind Zahlen, wie sie bisher kein Weichmacher erreicht hat und solche Produkte werden von den Kabelherstellern seit langem gesucht. Chemisch handelt es sich bei unseren neuen Weichmachern um gemischte Kohlensäureester, die einerseits längere aliphatische Ketten, andererseits Phenole enthalten, also z.B.



Zum Schluß sei ein Hinweis gestattet, die die Rohstofflage nach dem Kriege betrifft. Wie oben erwähnt, hat sich der

Vorlaufsäure C₇-C₉-ester des Thiodiglykols auch in der praktischen Prüfung mit am besten bewährt. Es ist damit ev. zu rechnen, daß nach dem Kriege grosse Mengen Thiodiglykol zur Verfügung stehen werden.

Dr. Bertsch fragt, welche Weichmacher auch in Zukunft wichtig und interessant sein werden. Dr. Hentrich weist hier besonders auf die Phthalsäureester hin, die z.B. für Nitrolacke wichtig sind und daneben auch für Lackrohstoffe Bedeutung haben. Auf Anfrage von Dir. Funck, ob eine Vergrößerung der Anlage beantragt werden soll, berichtet Dr. Bertsch, daß zu auf 4 - 5 000 Tonnen (Lackplan) vorgesehen sei.

8) Über die letzten Arbeiten auf dem Gebiet der Lackrohstoffe.

Referent Dr. Gündel - Eigenreferat -.

Bei dem Bericht über die synthetischen Lederöle hatte ich bereits Gelegenheit, über die Anilide und über die Cyclohexylamide der Vorlaufsäuren zu sprechen und berichtete, daß wir hier nicht nur die Gesamtvorlaufsäure C₄-C₉, sondern auch die bekannten Teilfraktionen C₄-C₆ und C₆-C₉ mit Anilin bzw. Cyclohexylamin umgesetzt haben, und ich erwähnte, daß es sich hier um relativ einfach zugängliche und billige Erzeugnisse handelt. Wir haben, wie wir dies immer tun, auch diese Stoffe einer vielseitigen Untersuchung unterzogen und Ermittlungen angestellt, an welcher Stelle sie in der Lackindustrie mit Erfolg eingesetzt werden können. Dabei ergab sich, daß diese Verbindungen eine Vielzahl interessanter Eigenschaften in sich vereinigen. Sie besitzen eine recht beachtliche Verträglichkeit mit Nitrocellulose, die etwa der des Trikretylphosphats gleich kommt. Ebenso vermögen sie Jgelit zu gelatinieren, insbesondere Jgelit PCU. Das in dieser Hinsicht beste Produkt, das Cyclohexylamid der Vorlaufsäure C₇-C₉ ist zur Zeit bei Siemens bezüglich seiner elektrischen Eigenschaften in Prüfung, wo auch die Verwendbarkeit als Elastikator für Buna untersucht wurde. In letztgenannter Hinsicht haben wir bereits einen recht günstig lautenden Bescheid erhalten und

die Aufforderung, ein größeres Muster zur Vornahme von Betriebsversuchen bereitzustellen. Diese Verwendungsarten sind jedoch wie es scheint die weniger interessanten, insofern als wir für diese Zwecke ja bereits über gut entwickelte Erzeugnisse verfügen. Bedeutungsvoll kann jedoch die ausgeprägte Verträglichkeit dieser Amide mit Bakelitharzen werden. Die Bakelitharze oder auch Phenoplaste genannt sind, wie Ihnen bekannt ist, im Endzustand sehr hart und aussergewöhnlich spröde und der Einsatz für die Herstellung von dauerhaften Überzügen, der im Hinblick auf die guten Eigenschaften stets verlockend war, war bisher wegen der Sprödigkeit und vor allem wegen der Unverträglichkeit mit fast allen bis jetzt bekannten Weichmachern nicht möglich. Von allen Weichmachungsmitteln, die wir im Verlauf unserer mehrjährigen Arbeiten kennengelernt oder selbst hergestellt haben und das waren gewiß nicht wenige, hatte nur das bereits betrieblich hergestellte ED 15 (Phthalsäure-adipinsäure-propylenglykol) in hinreichendem Maße die Fähigkeit, Bakelitharze zu plastifizieren. Die Verträglichkeit der hier in Rede stehenden Anilide bzw. Cyclohexylamide mit Phenoplasten ist eine ungleich bessere. Die praktische Erprobung erfolgt zur Zeit an zwei Stellen, einmal bei der Bakelite in Erkner und bei Reichhold, Flügger & Boecking in Hamburg. Die letztgenannte Firma hat uns die Ergebnisse ihrer sehr sorgfältig durchgeführten Arbeiten bereits übermittelt. Es ist dort gelungen, zum ersten Mal wirklich brauchbare nagelharte und hochelastische Phenolharzüberzüge auf Blechen und Drähten herzustellen, die auch bei robuster Behandlung nicht reißen oder absplittern. Sie sehen hier eine Metallfolie, die einen derartig plastifizierten Phenolharz-Überzug trägt, und Sie können die Folie zusammenknüllen, ohne daß Risse oder Sprünge auftreten. Unter den 6 zur Prüfung gegebenen Verbindungen haben sich die Anilide der Vorlaufsäuren C_4-C_6 und C_4-C_9 und das Cyclohexylamid der Vorlaufsäure C_4-C_6 als die günstigsten erwiesen. Die Verträglichkeit, d.h. die Menge, die in das Phenolharz eingearbeitet werden kann, ohne daß der Weichmacher wieder auschwitzt, ist bei diesen 3 genannten Verbindungen am günstigsten.

Bis heute spielen derartige plastifizierte Phenolharze in der Lackindustrie noch keine große Rolle. Man verspricht sich jedoch durch die anerkannt hohe Isolierwirkung der Phenolplaste eine Zukunft in der Elektroindustrie. Welchen Lauf diese Entwicklung einmal nehmen wird, muß man der Zukunft überlassen; Tatsache ist jedenfalls, daß an verschiedenen Stellen mit großem Eifer daran gearbeitet wird und daß die Herren von Reichhold, Flügger & Boecking sich uns gegenüber sehr optimistisch geäußert haben. Weichmacher, die speziell zur Plastifizierung von Phenolharzen dienen sollen, sind soviel uns bekannt ist, bis jetzt noch von keiner Seite in den Handel gebracht worden. Es scheint also, daß wir hier mit unseren Arbeiten mit an der Spitze einer Entwicklung liegen, von der wir hoffen können, daß sie ähnlich, wie sich das beim Jgelit herausgestellt hat, zu einem bleibenden Erfolg und zu einer neuen Absatzmöglichkeit für neuartige Weichmacher führt.

Auch das Nitroparaffin, der Ausgangsstoff für unser Enpeol, haben wir sehr gründlich auf eventuelle Einsatzmöglichkeiten in der Lackindustrie hin untersucht. Wir fanden hier, und dies ist uns von auswärtigen Prüfern inzwischen bestätigt worden, daß das Nitroparaffin, wie wir es unter Verwendung von Krupp-Dieselöl herstellen, ein guter Weichmacher für Nitrocellulose ist und ferner daß auch Vinylpolymere, insbesondere die schwer löslichen Vinoflexmarken S 3 und S 8 durch Nitroparaffin gut plastifizierbar sind. Diese Verwendungsmöglichkeiten sind jedoch nur von untergeordneter Bedeutung. Der Wert der Nitroparaffine liegt nach unserer derzeitigen Ansicht auf dem Gebiet der Chlorkautschukweichmacher. Die Verträglichkeit mit Chlorkautschuk ist eine ausserordentlich gute. Die Haftfestigkeit des Chlorkautschukfilms wird durch den Weichmacher sehr günstig beeinflusst, ebenso die Reißfestigkeit, vor allem aber die bei Chlorkautschukanstrichen so wichtige Alkali- und Säurefestigkeit. Die Herren von Reichhold, Flügger & Boecking, die auch dieses Produkt mit der ihnen eigenen Gründlichkeit untersucht haben, fassen ihr Urteil dahin zusammen, daß es sich hier ohne Zweifel um den besten bisher bekannten Chlorkautschukweichmacher handelt. Gelobt wurde besonders die hohe

Säurefestigkeit, die sich hier auch auf die Beständigkeit gegenüber Salpetersäure ausdehnt und vor allem die Beobachtung, daß bei Verwendung von Nitroparaffin als Weichmacher eine geringere Anzahl von Anstrichen erforderlich ist als bei Verwendung anderer Produkte. Die Firma hat an dem Produkt aktuelles Interesse, vor allem deshalb, da diese Anstrichmittel zur Zeit bei der Kriegsmarine, insbesondere beim U-Bootbau ausgedehnte Verwendung finden.

Angesichts der guten Beurteilung, die unser Nitroparaffin gefunden hat und im Hinblick auf die Bedeutung, die der Chlor kautschuk als Anstrichmittel heute schon besitzt, dürfte durch diese Untersuchungen ein weiterer Verwendungszweck erschlossen sein, der mengenmäßig einen durchaus interessanten Umfang erreichen kann, aber auch wertmäßig, da uns von den Hamburger Herren versichert wurde, daß für einen Weichmacher dieser Qualität ein Preis von RM 2.-- bis 2.50 durchaus tragbar sei.

Zum Schluß wären vielleicht noch einige Worte zu sagen über die Verwendung des Ketongemisches C_7-C_{11} aus den Vorlaufsäuren C_4-C_6 als Lösungsmittel in der Lackindustrie. Als reines Lösungsmittel besitzt das Ketongemisch eine etwas zu geringe Flüchtigkeit. Die Siedekurve geht immerhin bis 250° , sodaß die letzten Reste des Lösungsmittels erst nach sehr langer Zeit verdunsten. Dieser Nachteil tritt jedoch nicht so stark in Erscheinung, wenn das Keton in Mischung mit anderen leicht flüchtigen Lösungsmitteln verwendet wird, sodaß es zweckmäßig erscheint, wenn es gleich in Mischung mit einem solchen verkauft würde. Die Vorlaufalkohole C_4-C_6 erwiesen sich hierfür besonders brauchbar und die besten Resultate sowohl hinsichtlich der Lösbarkeit als auch hinsichtlich der Flüchtigkeit und des Eigengeruches wurden mit einem Gemisch aus 60 Teilen Vorlaufalkohol C_4-C_6 und 40 Teilen Ketongemisch C_7-C_{11} erzielt. Nach einem Urteil aus der Praxis wäre ein derartiges Lösungsmittel in recht weitem Umfange einsetzbar - nicht nur als Kriegsprodukt - und zwar sowohl für Nitrocellulose, Acetylcellulose, Benzylcellulose als auch für Chlor kautschuk und

Jgelit. Nach Ansicht der Herren von Reichhold, Flügger & Boeking würde man für ein derartiges Erzeugnis RM 1.20/kg jederzeit bezahlen und wäre auch bereit, es in großem Umfang einzusetzen.

9) Stand der Nekal-Arbeiten.

Referent Dr. Gündel - Eigenreferat -.

Über die Möglichkeit der Herstellung eines Ersatzproduktes für Kalunit A wurde in Rodleben an 2 Stellen gearbeitet:

Einmal im Forschungslabor von Dr. Hueter, in dessen Händen vor 20 Jahren auch die ersten Arbeiten auf diesem Gebiet lagen, und dann im Betriebslabor im Werk III. Während die Arbeiten im Betriebslabor in Anbetracht der Dringlichkeit des Problems in erster Linie der Frage galten: Wie kommen wir unter Benutzung vorhandener Anlagen möglichst rasch zu einem brauchbaren Produkt, und zwar unter Benutzung sofort greifbarer Ausgangsstoffe, wurde im Forschungslabor die Frage auf etwas breiterer Basis untersucht mit dem Ziel, ein dem Kalunit möglichst nahekommendes Erzeugnis auszuarbeiten. Die Ergebnisse dieser Arbeit, soweit ich sie heute hier berichten kann, sehen Sie hier im Lichtbild.

Nekal BX trocken von der J.G. geliefert,
50 % akt. Subst.

H 173 Sulfosäure des Kondensationsproduktes aus Naphthalin und Sekal C₇-C₁₁, 37,5 % akt. Subst.

H 174 Sulfosäure des Kondensationsproduktes aus Naphthalin und 2 Mol Vorlaufalkohol C₄-C₆,
40 % akt. Subst.

H 175 Sulfosäure des Kondensationsproduktes aus Naphthalin und 1 Mol Vorlaufalkohol C₄-C₆,
38 % akt. Subst.

Netzvermögen bei 20°: Eine Absinkzeit von 10' wird erzielt durch:

| | | |
|---------|-------------|--------------|
| 1,5 g/l | akt. Subst. | von Nekal BX |
| 2,4 g/l | " " | " H 175 |
| 2,8 g/l | " " | " H 174 |
| 4,4 g/l | " " | " H 173 |

Von diesen 3 Produkten ist somit das Produkt H 175, die Sulfosäure des Kondensationsproduktes aus Naphthalin und Vorlaufsäure C 46 das günstigste. Sulfuriert wurde bei der Herstellung dieser Produkte ausschließlich mit Schwefelsäure, da im Betrieb z. Zt. für eine Sulfurierung mit Chlorsulfonsäure infolge der Bewältigung der dabei entstehenden Salzsäure keine geeignete Apparatur frei ist. Die Verwendung von Tetralin an Stelle von Naphthalin führt zu sehr dunklen unansehnlichen Produkten und wurde nicht weiter studiert. Ein entsprechendes Produkt aus Naphthalin und einem Sekal-Gemisch aus den Säuren C 79 ist hergestellt, aber noch nicht gemessen worden. Überhaupt sind die Arbeiten zur Schaffung eines Gegenproduktes gegen Nekal oder Kalunit noch nicht abgeschlossen.

Bei den entsprechenden Arbeiten in Werk III stand die Verwendung der Sekale C₇₋₁₁ im Vordergrund, da diese von Düsseldorf geliefert werden können, während an dem Alkohol C 46 in Rodleben ein großer Mangel herrscht und selbst für die eigne Fabrikation nicht in ausreichendem Maße zur Verfügung steht. Der Alkohol C 46 wird zur Zeit in der R-Anlage als Ersatz für Butylalkohol, ferner in der Veresterungsanlage zur Veresterung von PC-Säuren in größeren Mengen benötigt und außerdem in der Hochdruckanlage als Ersatz für Butanol.

Das Verfahren, nach dem in einer in der Majamin-Anlage vorhandenen Apparatur gearbeitet werden könnte, sieht etwa folgendermaßen aus:

1 Mol Naphthalin wird mit 1,5 Mol konz. Schwefelsäure bei 100-110° sulfuriert bis zur Klarwasserlöslichkeit. Nach dem Abkühlen wird 1 Mol Sekal C₇₋₁₁ zugegeben und nach Zusatz eines weiteren halben Mols Schwefelsäure bei 55° kondensiert, bis kein freies Sekal mehr nachzuweisen ist. Ein Teil der im Überschuß angewendeten Schwefelsäure kann als verdünnte Schwefelsäure vom Boden des Gefäßes abgelassen werden. Die Neutralisation erfolgt in einem daneben stehenden Rührkessel durch langsames Einlaufen in vorgelegte Natronlauge. Die Konzentration der Lauge ist so bemessen, daß am Ende eine bei 50-60° flüssige und umpumpfähige Paste von etwa 50% Wassergehalt entsteht. Die Paste hat eine braune Farbe; das durch Trocknung daraus erhaltene Pulver hat nach dem Mahlen eine helle rötliche Färbung. Nach diesem Verfahren wurden bereits mehrere Be-

triebschargen gefahren; größere Muster sowohl vom trockenen Produkt als auch in Paste sind Ende vergangener Woche nach Düsseldorf gegangen. Zu bemerken wäre noch, daß die vorhandenen Gefäße die Herstellung von monatlich etwa 20-25 t Paste gestatten. Dies entspräche etwa 12 t trockenem Produkt. Die Herstellung eines Pulverproduktes in Rodleben ist in Ermanglung einer geeigneten Trockenanlage im Augenblick nicht möglich.

Nach Dr. Bertsch ist es erwünscht, wenn das Nekal von uns nicht genau nachgeahmt, sondern ein ähnliches abgewandeltes Produkt geschaffen wird; man kann hier z.B. an alkylierte Tetrahydronaphthalinderivate denken.

Dr. Hentrich weist daraufhin, daß diese Produkte schlecht herstellbar sind; im allgemeinen werden nur dunkelfarbige Produkte erhalten.

Dir. Funck legt nochmals die Problemstellung klar. Danach möchte auch die Henkel-Gruppe ein freies Waschmittel bringen können, das nicht bewirtschaftet ist. Nach Möglichkeit sind daher zu seiner Herstellung Rohstoffe zu verwenden, die ebenfalls nicht bewirtschaftet sind. Man möchte z. B. das Sekal vermeiden, da die V-Fettsäuren bewirtschaftet werden.

Dr. Mannes betont, daß in dem in Witten anfallenden Kühleröl eine Quelle für Rohstoffe für die Nekalherstellung vorhanden ist.

Dr. Hentrich macht auf bestimmte Zitronensäurederivate aufmerksam.

Dr. Mannes gibt die Zusammensetzung des Kühleröles an; es stehen monatlich mindestens 100 Tonnen zur Verfügung.

Dir. Funck betont, daß eine solche Verwendung des Kühleröles von uns sowohl vom Standpunkt des gewonnenen Produktes als auch vom Standpunkt Verwertung Wittener Nebenprodukte, begrüßt werden würde. Er veranlaßt, daß ein Kesselwagen an Rodleben abgeschickt wird.

10) Fettsparende bzw. fettfreie Schälzmittel.
Referent Dr. Gündel - Eigenreferat -.

Zur Schaffung eines Schälzmittels, das bezgl. seiner Zusammensetzung den derzeitigen Bestimmungen gerecht wird, war zu untersuchen, welches von den uns zugänglichen Äthylenoxyd-Kondensaten zum Emulgieren von Paraffinöl geeignet ist, und welches von denen wiederum bei einem Minimum an Fettgehalt den günstigsten Effekt liefert. Die Arbeiten ergaben, daß für den Zweck nur die einwandfrei löslichen Kondensationsprodukte in Betracht kommen, d.h. also diejenigen, die bei einem relativ langen Fettrest nur wenige Äthylenoxydreste im Molekül enthalten. Als die geeignetsten erwiesen sich die beiden Produkte K 369 und K 375; es sind dies die aus Ocenol bzw. Stenol mit 5 Mol Äthylenoxyd erhaltenen Kondensationsprodukte. Von beiden gibt eine 10%ige Lösung in Paraffinöl beim Einrühren in die 4fache Menge Wasser eine hinreichend stabile Emulsion, die bei vorsichtiger Zubereitung nicht homogenisiert werden muß. Die Aufrahmgeschwindigkeiten sind klein und beide Produkte zeigen in dieser Beziehung keinen großen Unterschied. Ein gewisser Unterschied besteht nur in der Viskosität der gebrauchsfertigen Emulsionen insofern, als die, die mit Hilfe des Stenolkondensats erzeugt wurden, etwas dickflüssiger sind.

Da wir bisher immer der Meinung waren, daß die Servital-Marken der J.G. als Emulgator Jgepal-artige Produkte, d.h. Alkylphenol-Äthylenoxyd-Kondensate enthalten und somit als fettfrei angesehen werden konnten, haben wir uns bemüht, noch andere Wege zur Lösung des Problems zu finden. Die Versuche, die sich in der Hauptsache mit der Einsatzmöglichkeit von K 295, der bekannten Äthercarbonsäure bzw. mit deren löslichen Salzen befaßten, haben bis jetzt noch nicht zu einem klaren Ergebnis geführt, und es wäre verfrüht, die dabei gemachten Beobachtungen schon jetzt in diesem Kreise zur Sprache zu bringen.

Interessant sind in diesem Zusammenhange jedoch die letzten Feststellungen, die unsere analytische Abteilung bei einer eingehenden Untersuchung von neueren Mustern der ver-

schiedenen Servital-Marken gemacht hat.

Wir haben die 3 Servital-Marken: Das Servital OL, das Servital konz. und das mit dem sonderbaren Namen Servital-Reißül-Blauton sehr gründlich untersucht und dabei im einzelnen folgendes gefunden:

Das Servital OL enthält neben etwa 40% Wasser 20% Kohlenwasserstoffe und 36% eines Emulgators;

Das Servital konz. enthält neben 6% Wasser 33% Kohlenwasserstoffe und 60% Emulgator und

das Servital-Reißül-Blauton enthält neben 5% Wasser 90% KW-Stoffe und nur 5% Emulgator.

Der bei allen 3 Produkten verwendete Emulgator wurde einwandfrei als ein Äthylenkondensat erkannt, und zwar als ein solches, das aus einem ungesättigten Fettalkohol durch Anlagerung von etwa 8 Molekülen Äthylenoxyd erhalten wurde. Die Anwesenheit eines Alkylphenols darf mit Sicherheit ausgeschlossen werden. Aus der Natur der Fettsäure, die durch Oxydation des Alkohols bei dieser Untersuchung erhalten wurde, kann gefolgert werden, daß wahrscheinlich ein Ocenol mit relativ niedriger JZ die Fettkomponente des Emulgators darstellt. Die genannten J.G.-Produkte können somit keinen Anspruch erheben, als fettfreie Produkte zu gelten und unter Hinweis auf diese Produkte wird man uns nicht nötigen können, ein absolut fett-freies Produkt herauszubringen.

11) Rodlebener Arbeiten betr. die kontinuierliche Sulfierung von Fettalkoholen.

Referent Dr. Lütgert - Eigenreferat -.

Um in Rodleben dem Problem der kontinuierlichen Sulfonierung näherzukommen, ist von uns im Laufe des Jahres auf Grund der Erfahrungen, die an einer ersten Versuchsanlage gemacht wurden, eine Apparatur entwickelt worden, die den an sie gestellten Anforderungen vollauf zu genügen scheint. Die wesentlichen Gedanken, die zu ihrer Konstruktion führten, sind die folgenden:

- 1) Man muß für eine möglichst innige Durchmischung von dem zu sulfonierenden Gut mit der Sulfonierungsflüssigkeit Sorge tragen.

- 2) Es muß bei Arbeiten mit Cl-Sulfonsäure eine möglichst gute und intensive Kühlung des Reaktionsgemisches gewährleistet sein.

Wenn diese Bedingungen erfüllt sind, kann man das angestrebte Ziel, einen möglichst kurzen Aufenthalt des Reaktionsgemisches im Reaktionsraum und daher einen möglichst großen Durchsatz erreichen. Dieses Problem wurde auf folgende Weise gelöst:

Im einem möglichst schlanken zylindrischen Gefäß mit einem Doppelmantel zur Aufnahme von Kühlflüssigkeit rotiert zentrisch eine Achse, an der zwei Scheiben angebracht sind. Die obere Scheibe, auf die das zu sulfonierende Gut und das Sulfonierungsmittel aufgebracht werden, steht schräg. Dadurch wird erreicht, daß die Reaktionspartner innig vermischt gegen die Wand geschleudert werden und dort einen dünnen, breit ausgezogenen Film bilden. Dadurch wird eine sehr gute Kühlwirkung gewährleistet.

Die zweite Scheibe, die wagerecht steht, soll das von der ersten Scheibe etwa abgelaufene Material ebenfalls in seiner Verteilung gegen die Wand schleudern. Im unteren Teile sammelt sich das sulfonierte Gut und verläßt über einen Schwannhals das Gefäß.

Die Zahlen der Versuche in der ersten Anlage, verglichen mit denen der Neukonstruktion, zeigen deutlich ohne weiteren Kommentar, was erreicht wurde:

| <u>Durchsatz</u> | <u>Verweilzeit</u> | <u>Temp.</u> | <u>Sulfonierungsgrad.</u> |
|------------------|--------------------|--------------|---|
| 10 kg | 2 Std. | 22° | 74 (mit Nachreaktor, wie Anlage zuerst geplant war) |
| 10 " | 15 Min. | 25° | 89 |
| 40 " | 20 Sek. | 21° | 93. |

Das Problem der kontinuierlichen Neutralisation soll noch bearbeitet werden. Der dazu erforderliche Neutraliseur in seiner Konstruktion dem Prinzip der Apparatur von Procter & Gamble angelehnt, soll in unserer Werkstatt angefertigt werden, sobald die dazu erforderliche VA-Menge freigegeben ist.

Dir. Funck fragt nach dem Zeitpunkt, wo die Arbeiten in Rodleben in Angriff genommen worden sind. Er schildert kurz die Entwicklung in Düsseldorf und weist daraufhin, daß von Dipl.-Jng. Pernthaler eine kontinuierliche Sulfonierung bereits Ende Juli vorigen Jahres in Angriff genommen ist.

Dipl.-Jng. Pernthaler schildert unter Vorführung von Skizzen eingehend seine Erfindung. Ansätze von 500 kg Alkohol sind ohne Schwierigkeit verarbeitet worden, wobei ein Sulfierungsgrad von 90% erreicht wurde. Bei der Sulfonierung werden Temperaturen bis 80° angewandt; man muß dann für möglichst schnelle Abkühlung sorgen, was durch Einziehen trockener Kühlluft geschehen kann. Auch die sekundären Alkohole lassen sich so sulfonieren, wobei man lediglich die Tourenzahl der Scheibe heraufsetzen muß.

Dr. Bertsch weist daraufhin, daß bereits vor etlichen Jahren von ihm und Dr. Kling die Türkischrotßfabrikation nach ähnlichen Gesichtspunkten kontinuierlich betrieben wurde.

II Arbeiten des wissenschaftlichen Laboratoriums Chemnitz. Referent Dr. Burgdorf - Eigenreferat -.

Infolge der zurzeit außerordentlich schwachen Besetzung der Chemnitzer Laboratorien mußten Arbeiten von allgemeinem Interesse vielfach zurücktreten, um die Bearbeitung der Tagesfragen zu ermöglichen. Durch häufige, durch die Rohstofflage bedingte Umstellungen in der Fabrikation ist für die Laboratorien ein erheblicher Arbeitsanfall zu verzeichnen.

Von den in Chemnitz im übrigen bearbeiteten Fragen wird besonders die Frage der kontinuierlichen Sulfonierung im Rahmen des Möglichen weiter gefördert. Gegenüber dem in Chemnitz im Betrieb üblichen Verfahren zur Sulfonierung von Ocenol konnte beim kontinuierlichen Arbeiten eine erhebliche Verbesserung des Sulfierungsgrades erreicht werden, womit eine Verbesserung der textiltechnischen Eigenschaften der Produkte verbunden war.

Zur Fortführung der Arbeiten über die Sulfonierung von Olefinen sind Muster von technisch in Frage kommenden Olefin-Paraffin-Gemischen erforderlich.

Bei der Sulfonierung von sekundären Alkoholen mit Schwefelsäure konnten Sulfonierungsgrade über 60 - 65 noch nicht in reproduzierbarer Weise erreicht werden.

Die Abtrennung des Unsulfonierten bzw. Unsulfonierbaren aus den Sulfonierungsprodukten von Olefin-Paraffin-Gemischen soll mit Hilfe eines Versuchs-Vakuum-Walzentrockners, dessen Lieferung für die nächste Zeit in Aussicht gestellt ist, fortgesetzt werden.

Dr. Bertsch fragt nach den Seifenstücken aus Sulfonaten.

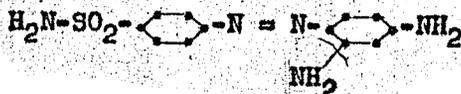
Dir. Feldrappe weist auf die unter Zusatz von Borsäure von der Firma Böhme hergestellte Seewasserseife hin, die ausgezeichneten Anklang gefunden hat.

IV Über kokkenwirksame Sulfanilamide (Vitigongruppe).

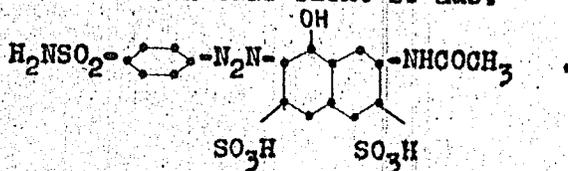
Referent Dr. Hentrich. - Eigenreferat -.

Zur Heilung von durch Bakterien im Warmblüterorganismus hervorgerufenen Krankheiten hat man sich seit langem bemüht, auch auf diesem Gebiet chemische Stoffe ausfindig zu machen, die heilend wirken, also, wie man sagt, chemotherapeutisch wirksam sind. Jedoch ist die Forschung in dieser Richtung im Gegensatz zur Chemotherapie der Protozoenerkrankungen, z.B. Schlafkrankheit u. Siphilis bis etwa 1935 nicht sehr erfolgreich gewesen. Man hat sich bis zu diesem Zeitpunkt daher schlecht und recht mit einer Serumtherapie geholfen.

Auf der Suche nach bakterientötenden Substanzen ist es zu Beginn der 30iger Jahre der J.G. in Elberfeld gelungen, gewisse Azo-Farbstoffe ausfindig zu machen, die zum ersten Mal bei weitgehender Ungiftigkeit sehr wirksam gegen die verschiedensten bakteriellen Infektionen waren. Dieser Farbstoff kam unter der Bezeichnung Prontosil in den Handel; das Prontosil rubrum ist der Azo-Farbstoff folgender Formel



das Prontosil soluble sieht so aus:



Die J.G. ist nun auf diesen grundlegenden Beobachtungen stehen geblieben, obwohl ja im allgemeinen färbende Substanzen für die Einverleibung in den menschlichen Organismus nicht sehr beliebt sind, da sie zum Teil unzersetzt sich farblich auf der Haut abscheiden bzw. den Harn färben.

Es war den französischen Forschern Fourneau, Tréfeuël und Nitti die Entdeckung vorbehalten, daß das wirksame Prinzip in obigen Azo-Farbstoffen die zugrundeliegende Base, nämlich das Sulfanilamid:



selbst ist. Diese Verbindung ist farblos und wirkt mindestens genau so gut bei bakteriellen Infektionen wie die Farbstoffe. Zu erwähnen ist dabei, daß das Sulfanilamid bereits 1908 erstmalig von einem gewissen Gelmo dargestellt und in der chemisch wissenschaftlichen Literatur beschrieben wurde. Trotzdem waren bis zur Entdeckung der Franzosen über die heilende Wirkung dieses Stoffes 27 Jahre verstrichen, in welchen eine Unzahl von Menschen an den bakteriellen Infektionen zugrunde gegangen sind.

Wir stiessen auf dieses hochaktuelle Gebiet, als wir uns im Jahre 1937 mit der Auffindung neuer wasserlöslich machender Gruppen für Waschmittelzwecke befaßten. Wir hatten damals, wie bereits öfters berichtet, die Sulfonimidgruppe zum Aufbau von Waschmitteln herangezogen; sie fiel uns durch ihre gute löslichmachende Wirkung auch bei sehr hochmolekularen aliphatischen Resten auf. Wie Sie wissen, hat sich daraus dann später das sogenannte Nofatin I entwickelt, in welchem Vorlaufsauren mit aromatischen Sulfonimiden verknüpft sind, wobei hochwertige Waschmittel mit ganz extremen Schaumbeständigkeiten entstehen.

Die Sulfonimidgruppe sowie die Sulfonamidgruppe haben dann bei unserer weiteren Arbeit zu den Ihnen bereits bekannten Alleingerbstoffen geführt, auf welche ich in einem der nächsten Referate noch zu sprechen komme.

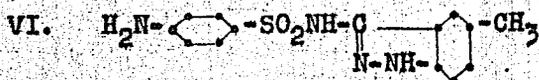
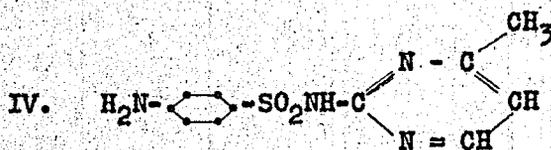
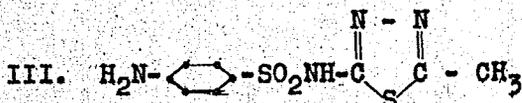
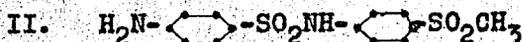
Als auf dem Gebiete der farblosen sulfonamidhaltigen Mittel zur Bekämpfung bakterieller Infektionen durch die Arbeiten der Franzosen der Bann gebrochen war, erschienen in großer Anzahl in allen Kulturländern der Welt z. T. identische, z. T. ähnliche Produkte. Es gehören dazu das Prontosil album (J.G.), das Uliron (J.G.), das Albuclid (Schering) und das Sulfapyridin (May and Baker, sowie J.G., Nordmark-Werke und Chemisch-Pharmazeutische A.G. Bad Homburg).

Alle diese Produkte werden per os oder durch Injektion dem menschlichen Körper einverleibt; sie sind die ersten wirksamen synthetischen Mittel gegen Kokkenerkrankungen aller Art, wie z.B. gegen Lungenentzündungen vom Typ der Lobär- und Bronchopneumonien, gegen septische Angina, gegen Meningitis, Gonorrhoe, Erysipel usw.

Die chemische Entwicklung auf diesem Gebiet ging auf der ganzen Welt in den letzten 5 Jahren mit rasender Geschwindigkeit vor sich und ein Vergleich mit der stürmischen Entwicklung der Automobilindustrie erscheint durchaus gerechtfertigt. Die Anfangsprodukte aus der neuen Klasse der Sulfonamide, wie z.B. Prontosil album und Uliron sind heute eigentlich schon überholt, da sie neben heilender Wirkung auch unangenehme, zum Teil körperschädigende Nebenwirkungen zeigen. Bewährt hat sich das Albuclid (Schering) und zu bewähren scheint sich das neue Cibazol (Ciba).

Wir haben uns im Forschungslaboratorium im oben erwähnten Zusammenhang mit Waschmittelarbeiten, so nebenbei mit diesem interessanten Gebiet beschäftigt und, wie sich heute herausstellt, gerade noch rechtzeitig in vorsorglicher Weise nach meinen Vorschlägen in den Jahren 1938 und 1939 nach einigen wenigen Laborversuchen eine Anzahl Patentanmeldungen losgelassen, bei welchen es sich um die Herstellung chemisch neuartiger sulfonamidhaltiger Stoffe handelt. Als die Vorprüfung im Reichspatentamt ein für uns bisher recht günstiges

Ergebnis hatte, haben wir uns, gewissermassen im Nebenamt, etwas eingehender mit der Bearbeitung der Materie im Laboratorium beschäftigt. Da auch einige unserer neuen Produkte nach Untersuchungsergebnissen im Tierversuch bei Herrn Dr. Burtscher, Universität Königsberg bemerkenswerte Ergebnisse zeigten, gaben wir der Degussa bei einer Besprechung im November vorigen Jahres von unserem neuen Arbeitsgebiet Kenntnis. Ich nehme im Nachfolgenden nur die besten Stoffe, die aus unseren Arbeiten hervorgegangen sind, heraus, weise aber darauf hin, daß diese Arbeiten noch nicht abgeschlossen sind. Der Einfachheit halber einige Formeln:



Wie man sieht, sind alle diese Verbindungen durch die Anwesenheit eines Sulfanilsäureesters im Molekül gekennzeichnet. Dieser ist nun mit den verschiedensten Aminogruppen enthaltenden Resten verbunden, wodurch je nach dem Molekülbau auch die verschiedenartigsten Wirkungen zustande kommen. So ist z. B. nach dem übereinstimmenden Urteil der medizinischen Sachverständigen die Verbindung der Formel III unter allen

bisher heute bekannten Stoffen der wirksamste und dabei verträglichste bei Gonorrhoe. Dies ist von Professor Vonkennel an Hand eines großen klinischen Materials bewiesen worden. Zur Heilung einer frischen Gonorrhoe braucht man nur noch 6 g; nach spätestens 48 Stunden ist vollkommene Gesundheit eingetreten. Die unangenehmen Nebenerscheinungen, welche bei den J.G.-Produkten Prontosil oder Uliron auftreten, sind verschwunden; es stellt sich kein Erbrechen, keine Cyanose, keine Konkrementbildungen in den Ausscheidungsorganen mehr ein (Harngries, Nierensteine). Ändert man den Molekülbau, indem man z.B. das Produkt der Formel IV herstellt, so treten ganz andere aber nicht minder beachtliche Wirkungen zutage. Dieser Stoff äussert seine Wirksamkeit, wie durch Schering in den verschiedensten Kliniken festgestellt wurde, ganz besonders gegen die hochvirulenten Erreger der bisher unbedingt tödtlichen allgemeinseptischen Erkrankungen, verursacht durch den Streptokokkos Aronson; die Substanz wirkt ferner gegen die gefährlichste Gruppe der Lungenentzündungserreger, wie z.B. den Pneumokokkenstamm I.

Wie richtig es war, möglichst frühzeitig Patentanmeldungen auf diesem für uns fremden Gebiet 1938 und 1939 einzureichen, geht daraus hervor, daß bereits im August 1940 eine Veröffentlichung aus den Laboratorien der American Cyanamid Company erschien, die sich sehr eingehend mit der Synthese und der Heilwirkung von Verbindungen des Types IV befaßt und ebenfalls zu hervorragenden Ergebnissen gelangt. Ich erwähnte die Namen Vonkennel und Schering; dies ist dadurch begründet, daß zu Beginn des Jahres 1941 Herr Prof. Vonkennel von der Universitäts-Hautklinik Kiel die hervorragende Wirkung von Verbindungen des Typs III in einer Veröffentlichung schildert und daß auf Grund unserer neuesten Kenntnisse auch Schering auf unserem Gebiete hervorragende Kokkenmittel, vermutlich des Typs VI, gefunden und erprobt hat.

Wir wissen heute bestimmt, daß Patentanmeldungen von Vonkennel und von Schering in Deutschland hinterlegt sind, wir wissen aber ebenso sicher, daß alle diese Anmeldungen in der Priorität später liegen als unsere einschlägigen Patentanmeldungen.

Eine Unklarheit auf diesem Gebiet darf nicht verschwiegen werden: Eingangs meines Vortrages erwähnte ich das Cibazol der Ciba; weder von diesem noch von den Vonkennel- oder Schering-Produkten war zur Zeit der Einreichung unserer diesbezüglichen Anmeldung im Mai 1939 etwas im Schrifttum bekannt. Aus den Auslandspatenten der Ciba über Cibazol wissen wir, in welchem Umfang die Ciba Schutz beansprucht hat; die entsprechende deutsche Anmeldung der Ciba ist noch nicht bekannt gemacht. Es besteht die Möglichkeit, daß wir von der deutschen Ciba-Anmeldung vielleicht zum Teil abhängig sind. Wir sehen aber in dieser Beziehung nicht allzu schwarz, da wir über das Patentschutzbegehren der Ciba hinaus viel weiter gefaßte Patentansprüche besitzen, die durch die Beschreibungen in unseren Patentanmeldungen ausreichend untermauert sind. Wir werden uns außerdem in Bezug auf einen kleinen Teil unseres Schutzbegehrens gegenüber der Ciba abgrenzen müssen, behalten aber einen wesentlichen und wichtigen Überschuß an guten Produkten zweifellos übrig. Ungünstigenfalls müßten wir mit der Ciba eine Einigung anstreben, an welcher auch die Ciba sehr interessiert sein muß, denn unsere Produkte bedeuten dem Cibazol gegenüber bei den verschiedensten bakteriellen Infektionen einen erheblichen Fortschritt, was durch die klinischen Arbeiten von Vonkennel und vor allem von Schering erwiesen ist. Wir kämen also zur Ciba nicht mit leeren Händen.

Es steht heute mit großer Sicherheit fest, daß zeitlich gesehen zwischen der Cibazol-Anmeldung der Ciba in Deutschland und unseren Anmeldungen keine fremden Schutzbegehren stehen. Alle anderen Patentanmelder auf unserem Gebiet sind uns nachgängig.

Es wird von uns die Frage zu prüfen sein, ob wir diese fremdartigen, aber wertvollen Stoffe selbst fabrizieren und in den Handel bringen sollen, oder ob wir Lizenzen auf unsere Verfahren abgeben sollen.

Die Vorbereitungsarbeit für eine eventuelle Lizenzabgabe haben wir in die Wege geleitet; durch Vermittlung der Degussa kamen bisher 2 Unterhaltungen mit den Herren der Chemisch-Pharmazeutischen A.G. Bad Homburg in Frankfurt

zustande, ferner eine Aussprache mit Heyden und neuerdings eine Diskussion mit Schering.

Aus all diesen Gesprächen ergibt sich das große Interesse, welches unseren neuen Verfahren allseits entgegen gebracht wird. Es ergibt sich weiter, daß das größte Anwendungsgebiet dieser Mittel bei der Bekämpfung der Gonorrhoe liegt, welches naturgemäß in der Kriegszeit besonders groß ist. Das Pneumoniegeschäft (Lungenentzündungen) interessiert besonders die Chemisch-Pharmazeutische A.G. Bad Homburg, während Heyden und Schering sich für alle Indikationsgebiete gleichmäßig interessieren.

Jrgendwelche Zusagen haben wir keiner der 3 Firmen bisher gemacht, durch die Besprechungen haben wir jedoch eine Menge für uns Wissenwertes gelernt; auch über die Preise und die abzusetzenden Mengen konnten wir Interessantes erfahren. Danach liegt größenordnungsmässig ein derartiges hochwertiges Produkt bei einem Jahresumsatz von ca. 20 - 25 Tonnen für Deutschland. Die Verkaufspreise für ein solches hochwertiges Mittel liegen zwischen RM 100-200/ kg 100%iger Stoffe.

Wir haben die neue Stoffklasse mit dem vorläufigen Namen Vitigon belegt.

Zum Schluß sei noch erwähnt, daß die J.G. offenbar wegen der eingangs angedeuteten chemischen Fehlentwicklung auf dem Prontosil-Gebiet sich neuerdings genötigt sah, auf dem Lizenzwege das Eleudron in den Handel zu bringen, welches nichts anderes vorstellt als das Cibazol der Ciba.

Dr. Henkel begrüßt es als sehr erfreulich, daß vom Forschungslaboratorium dieser schöne Beitrag für die Fortentwicklung des pharmazeutischen Gebietes geleistet worden ist. Er macht einige Ausführungen über die Vorstellung von Prof. Kuhn über die Wirkung der Sulfanilamide, durch die die Bakterien gelähmt werden und entwicklungsunfähig bleiben.

Die nächste Tagung ist für September 1941 in Chemnitz in Aussicht genommen. Sie soll einen Tag nach der Generalversammlung stattfinden.