

Abteilung 51
Dr. Lange/Mk.
13. Mai 1938
6 Ex.

Herren Dr. Henkel
Dr. Bartz
Funck
Erbslöh
Dr. Lange

A 63

-1 Reserve.

676

Übersicht über die Anfang Mai 1938 in der Versuchs-
Abteilung laufenden Arbeiten.

In der Übersicht ist angegeben, mit welchen Arbeiten die einzelnen Herren beschäftigt sind.

Vorher ist jedoch noch eine Bemerkung einzuflechten:

Das Gebiet der synthetischen Waschmittel ist als ziemlich abgeschlossen anzusehen. Die theoretischen Möglichkeiten, die Carbonsäure-Gruppe zu verschließen und dann dieses Molekül wieder wasserlöslich zu machen, die Carbonsäure-Gruppe durch Hydrierung überhaupt zu entfernen und aus dem so erhaltenen Alkohol wasserlösliche Verbindungen darzustellen, und ferner den wasserunlöslichen Fettrest durch noch andere Substitutionen wasserlöslich zu machen, sind als weitgehend erschöpft anzusehen.

Prinzipiell Neues ist auf diesem Gebiet nicht mehr zu erwarten. Es dürften nur noch Verbindungen für spezielle Zwecke neu auftauchen, denen aber keine allgemeine Bedeutung zuzuschreiben sein wird.

Daraus ergibt sich, daß der Synthese von Fettsäuren und von Fettalkoholen besondere Aufmerksamkeit zuzuwenden ist.

Die Paraffin-Oxydation stellt zur Zeit den einzigen technisch möglichen Weg dar, zu synthetischen Fettsäuren zu gelangen. Die Hydrierung dieser Fettsäuren ist auch augenblicklich der einzige gangbare Weg, um zu synthetischen Fettalkoholen zu gelangen.

Es ist bekannt, daß bei der Fischer-Synthese auch kleinste Mengen von Carbonsäuren und Alkoholen bis zu C_{10} gebildet werden. Prof. Fischer und Prof. Martin zweifeln nicht daran, daß man später die Bedingungen ermitteln wird, unter denen sich bei der Synthese vorzugsweise Fettsäuren und Fettalkohole der technisch erwünschten Kettenlängen neben nur noch geringen Mengen an Kohlenwasserstoffen bilden werden.

Ein neuer, auf dem Fischer-Verfahren aufgebauter, in der Patent-Literatur bisher nicht beschriebener Weg zu Säuren und Alkoholen könnte der sein, daß man unter Synthese-Bedingungen auf die in beliebigen Mengen zugänglichen Vorlaufsäuren- oder Alkohole das Synthese-Gasgemisch einwirken läßt. Es besteht dann die Aussicht, daß die intermediär auftretenden instabilen Radikale sich nicht mehr zu Kohlenwasserstoffmolekülen zusammenlagern oder sich an bereits vorhandene Moleküle unter Kettenverlängerung anbauen, sondern daß sie sich nunmehr in wesentlicher Menge an die dargebotenen Alkohole oder Säuren kettenverlängernd anlagern. Es ist auch daran zu denken, daß Säuren und Alkohole einen ausgesprochen polaren Charakter haben und daß daher die Verwendung der elektrisch neutralen Ester vorteilhaft sein könnte.

Derartige Versuche erfordern eine größere Laborapparatur und eine gewisse Einarbeitungszeit; sie sollten aber trotzdem in Angriff genommen werden, da sie zwei der wichtigsten Rohstoffe der Henkel-Gruppe betreffen.

Es hat sich weiter als notwendig erwiesen, Versuche aufzunehmen, durch Paraffin-Oxydation direkt zu Fettalkoholen zu gelangen, ohne den Weg über die Fettsäuren und deren Hydrierung gehen zu müssen. Vor einem Jahr erklärten die Oppauer Sachbearbeiter der I.G., kein technisch brauchbares Verfahren in der angegebenen Richtung zu besitzen. Nach den letzten Nachrichten soll sich das aber in der Zwischenzeit geändert haben.

Auch die Versuche, durch Chlorierung von Paraffin und darauffolgende alkalische Spaltung der Chlorparaffine zu Fettalkoholen zu gelangen, müssen erneut aufgenommen werden. Daß es sich hier um umfangreiche Arbeitsgebiete handelt, bedarf wohl keiner Erläuterung.

Die Bemühungen müssen weiter daraufhin gerichtet sein, die Qualität der tragenden Henkel-Produkte durch Abänderungen der einzelnen Komponenten oder durch Zusätze neuer Stoffe weiter zu verbessern. Hierbei wird z.B. an den Erfolg der I.G. mit ihrem " Trilon " gedacht.

Im Nachstehenden sind die in den einzelnen Labors laufenden Arbeiten angegeben, ohne daß allerdings angegeben wurde, welche Bedeutung den einzelnen Themen im Arbeitsprogramm zukommt.

Dr. Weldes ist ausschließlich in der Oxy-Abteilung tätig.

Dr. Heinerth. 1. Das Gebiet der Per-Verbindungen ist derart eingehend zu wiederholten Malen abgesucht worden, daß die Auffindung einer wirtschaftlich verwertbaren neuen anorganischen Verbindung unwahrscheinlich ist.

Ein verhältnismäßig billiges Salz ist das Kaliumbenzolsulfonat. Es gibt eine äußerst leicht lösliche Wasserstoffperoxyd-Verbindung, die an der Luft nicht zu zerfließen scheint. Untersuchungen, ob dieser neuen Verbindung irgendein Wert zukommt, laufen noch.

2. Von Procter & Gamble wurde uns die Anmeldung auf die Herstellung eines Katalysators übergeben, der zur Hydrierung von Ölen verwandt werden soll. Der Katalysator wird durch sogenannte nasse Reduktion von einem in spezieller Weise erhaltenen Nickelkarbonat dargestellt.

Die Darstellung des Katalysators wird studiert. Eine genügende Menge des Katalysators wird Dr. Umbach für Versuche übergeben werden. Darauf folgend ist ein Erfahrungsaustausch mit Procter & Gamble vorgesehen.

3. Das Problem des Aufschlusses von alkalischem Wasserglas ($\sim \text{Na}_2\text{Si}_2\text{O}_5$) durch wäßrige Natronlauge im Autoklaven ist als gelöst zu betrachten. Die Analysen stehen noch aus.

4. Der Aufschluß von Sand durch wäßrige Natronlauge nach der zerschlagenen I.G.-Anmeldung gelingt, wenn man die Wasserverdampfung nicht allzu rasch vornimmt. Gearbeitet wurde im Eisentiegel an der Luft. Das erhaltene, schwach graugrüne Produkt ergab folgende Analysenzahlen:

93.5 % Wasserglas vom Verhältnis 0.76, 2.0 % Soda, nur 0.2 % Wasserunlösliches und nur 4.3 % Wasser.

5. Benckiser hat eine Anmeldung zur Herstellung eines Gemisches von Na_3PO_4 aq., $\text{Na}_3\text{PO}_4 \cdot 12$ aq und NaOH durch Umsetzung von Hexametaphosphat, Natriumhydroxyd und Wasser. Die Angaben in der Anmeldung sind inkorrekt, da nicht nur Orthophosphat, sondern auch viel Pyrophosphat entstehen muß. Die beanspruchte Umsetzung wird nachgeprüft.

6. Die I.G. hat durch ihre Patente und Anmeldungen das Gebiet der Gewinnung von Wasserstoffperoxyd durch Luftoxydation von Hydrazoverbindungen, wobei diese in Azoverbindungen übergehen, in Abwesenheit von Wasser verschlossen.

Wir sind daher gezwungen zu versuchen, mit leicht zugänglichen wasserlöslichen Hydrazoverbindungen in Gegenwart von Wasser zum gleichen Ziel zu gelangen. Die Versuche mit den verschiedensten Verbindungen laufen schon seit geraumer Zeit. Irgend etwas praktisch Brauchbares ist dabei noch nicht herausgekommen.

Praktische Bedeutung ist auch dem Verfahren der I.G. nicht beizumessen, doch ist die zukünftige Entwicklung natürlich nicht abzusehen.

7. Während Dr. Schlegel die elegant verlaufende Hochdruckhydrierung der Zucker zu Hexiten (und dann zu Dioxipropan) eingehend ausgearbeitet hat, beschäftigt sich Dr. Heinerth mit der elektrolytischen Reduktion. Diese Arbeiten verlaufen recht erfolgreich. Zur Zeit sind Versuche zur Ermittlung der Stromausbeuten im Gange.

Wenn die Studien einmal abgeschlossen sein werden, sollen Hochdruck- und elektrolytische Hydrierung kostenmäßig verglichen werden.

8. Für die leicht zugänglichen Olefine muß nach neuen Reaktionsmöglichkeiten gesucht werden, wobei Synthesen, die Carbonsäuren und Fettalkohole oder deren Derivate liefern, besonders zu beachten sind.

Es wurde nun gefunden, daß Formaldehyd mit Olofin (verwandt wurde Dodecen) offenbar recht weitgehend reagiert. Es entsteht dabei ein Gemisch von Alkoholen und deren Essigsäureester. Die Zerlegung des Reaktionsproduktes ist im Gange. Welches Interesse die Firma an diesem Arbeitsgebiet haben könnte, läßt sich selbstverständlich noch nicht absehen.

9. Die I.G. erzielt die Löslichmachung von alkylierten Phenolen in den Igepalen z.B. durch genügende Anhäufung von Oxy-Äthylen-Gruppen (Verwendung von Äthylenoxyd). Es schien nun lohnend zu versuchen, ob auch die Häufung von Hydroxylgruppen in Zuckern einen ähnlichen Effekt bewirkt.

Man führte dazu Glucose durch Wasserabspaltung in Glucosan über und versucht augenblicklich, dieses Glucosan mit dem phenolischen Hydroxyl zur Reaktion zu zwingen. Nach den bisherigen Ergebnissen kommt in Hinsicht auf die unerwartete schwere Darstellbarkeit des Glucosans die Umsetzung praktisch nicht in Frage.

10. Das Problem der Ausblühungen bei Trax-Verputz ist nachgerade kritisch geworden, so daß eine wissenschaftliche, sofortige Bearbeitung der Frage notwendig ist. Gemeinsam mit Dr. Gübelle wird sich Dr. Heinerth vordringlich mit dieser Angelegenheit befassen. Leider wird er demnächst auf 2 Monate zum Militär einberufen.

Dr. Firsgau.

Dr. Firsgau ist mit seinen Mitarbeitern ausschließlich auf dem P₃-Gebiet tätig.

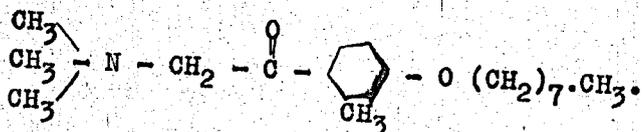
1. Zur Zeit werden in verschiedenen Milchhöfen mit Flaschenspülmaschinen praktische Versuche mit dem hochalkalischen Reiniger 751/II durchgeführt, der folgende Soll-Zusammensetzung besitzt:

- 22 % Aetznatron
- 50 % Metasilikat 5 ($\text{Na}_2\text{SiO}_3, 5 \text{H}_2\text{O}$)
- 13 % Trinatriumphosphat wasserfrei
- 14 % calzinierte Soda
- 1 % Mianin.

Gearbeitet wird mit einer Konzentration von 0.4-0.5%. Die bisherigen Versuche verliefen sehr befriedigend. Weitere Prüfungen werden noch im Laufe dieses Monats erfolgen bei den Milchversorgungen Oberhausen, Duisburg, Leipzig, Hildesheim, Hannover.

2. Es wird immer wieder beobachtet, daß die Wirkung von Desinfektionsmitteln in der Praxis nach der Ausrollmethode günstiger abschneidet als die im Labor angewandte Suspensionsmethode. Versuche, eine der Praxis mehr angegliche Methode zu finden, sind im Gange.
3. Bei den Versuchen mit desinfizierenden quaternären Ammoniumverbindungen (Typ Re 312) als Zusatz zu alkalischen Reinigungsmitteln hat sich ergeben, daß diese Verbindungen der Glasoberfläche eine wasserabstoßende Wirkung verleihen und sie dadurch nach dem Spülen fettig erscheinen lassen (das Wasser läuft in Tropfen ab).

An sich haben Versuche ergeben, daß z.B. Imi durch Zusatz von Re 312 eine stark desinfizierende Wirkung bekommt und diese auch bei der Lagerung behält. Eine ähnliche ausgezeichnete Desinfektionswirkung und genügende Beständigkeit gegen die Lagerung mit Alkalien zeigt die neue Rodlebener Verbindung B8 938:



Wie gesagt scheiden alle diese Verbindungen für die Reinigung und Desinfektion von Glas aus.

4. Da im Augenblick nichts anderes zur Verfügung steht, muß vorläufig weiter mit Mianin gearbeitet werden. Dabei ergab sich die Notwendigkeit, die Abhängigkeit der Desinfektionswirkung dieses Mittels vom p_H -Wert eingehend zu studieren.
5. Während die quaternären Ammoniumverbindungen als kationaktive Substanzen den geschilderten, unangenehmen Effekt auf Glas zeigen, sind alle Verbindungen phenolischen Charakters, die ja Anion-aktiv sind, für die Verwendung in Gegenwart von Glas durchaus geeignet. Die Suche nach geeigneten Verbindungen dieser Art hat sofort eingesetzt.

Von Rodleben werden uns eine Reihe der in ihrer Wirkung bereits bekannten 4-Chlor-2-alkyl-phenole für Prüfungen geliefert, und Dr. Elbel stellt o- und p-Oxy-aceto-phenone und ihre Derivate für Desinfektionsversuche her; weiter durchsucht er das Gebiet der sonst noch zugänglichen Verbindungstypen von phenolischem Charakter.

6. In den Betainen liegen bekanntlich elektrisch neutrale Stoffe vor, die theoretisch keinen "Glaseffekt" zeigen dürften und ihn bei der Prüfung auch tatsächlich nicht zeigten. Herr Dr. Hentrich hat früher solche Verbindungen für Desinfektionszwecke herstellen lassen und will diese Richtung jetzt auf Grund der hiesigen Befunde weiter verfolgen.

7. Das Werk in Lomazzo benötigt eine den dortigen Verhältnissen angepasste Herstellungsmethode für P_3 -zinnfest und P_3 -steril. Die Verfahren werden im Labor ausgearbeitet.
8. Bei der Reinigung von Zink mit P_3 -Produkten mußte bisher immer mit Korrosionen gerechnet werden. Es ergab sich jetzt die Notwendigkeit, die P_3 -Behandlung von Zink unter Beachtung einer späteren galvanischen Behandlung zu bearbeiten.
9. Aus der Praxis können des öfteren Klagen über die Bildung von Niederschlägen auf der Oberfläche von Flaschen. Da es sich bei diesen Niederschlägen um Reaktionsprodukte der Härtebildner des Wassers mit den einzelnen Komponenten des Reinigungsmittels handelt, wurde eine Versuchsreihe in Angriff genommen, aus der die Abhängigkeit der Bildung bzw. Verhütung derartiger Niederschläge von der Anwesenheit verschiedener Alkalien, verschiedener Härtegrade und verschiedener Dispergierungsmittel entnommen werden soll.
10. Weiter wird aus der Praxis verschiedentlich darüber geklagt, daß die zur Erhitzung der P_3 -Laugen dienenden Dampfrohre durch ausgefällte Härtebildner verkrustet werden. In dieser Hinsicht wurde eine Versuchsreihe in Angriff genommen, um festzustellen, bei welchen Alkalien diese Ausfällungen besonders stark und bei welchen sie schwächer auftreten und wie sie evtl. zu verhindern sind.

Dr. Rümmler.

1. Dr. Rümmler war stark mit der Untersuchung der sec. Alkohol-Sulfonate aus den Ketonen der Vorlaufsäuren beschäftigt.

In immer wiederholten Versuchen ergab sich, daß diese Sulfonate ganz ausgezeichnete Netzmittel sind, während das Waschvermögen der höheren Fraktionen dem von Fewa deutlich nachsteht, das das Ocenols aber erreicht.

Die Entscheidung über eine Verwendung der sec. Alkohol-Sulfonate muß von Böhme getroffen werden.

2. Ein großes Arbeitsgebiet ist die Untersuchung der Seifen aus den einzelnen grad- und ungradzahligen Fettsäure-Individuen von C_{12} - C_{22} hinsichtlich ihres Schaum- und Waschvermögens für sich und in den verschiedenartigsten Gemischen. Ziel der Untersuchungen ist, die beste Zusammensetzung für die Verwendung in Persil zu ermitteln.

Daß auch die zugänglichen ungesättigten Fettsäuren in den Kreis der Untersuchungen einbezogen werden, versteht sich von selbst. Die endgültigen Ergebnisse sind in Anbetracht der Größe des Gebiets vorläufig noch nicht zu erwarten.

3. Die von Dr. Götte ausgearbeitete Methode zur Schaumuntersuchung befriedigt noch keineswegs, da sie mit den in Handversuchen in roher Weise erhaltenen Resultaten oft wesentlich differiert. Am Ausbau der Methode wird daher gearbeitet. Vor allem wird bei den Arbeiten darauf hingesteuert, zu bei allen Werken der Henkel-Gruppe in gleicher Weise angewandten Wasch- und Schaum-Methoden zu gelangen, um die dauernd festzustellenden Differenzen zum Verschwinden zu bringen. Auch die Erlangung einer Standardanschmutzung ist in diesem Zusammenhang von großer Bedeutung.

4. Die von Herrn Siegert vorgeschlagene Verwendung von synth. Vorlaufsäure als teilweiser Ersatz von Olein als Wollschmälzmittel hat sich in der Prüfung sehr bewährt. Die Prüfungsversuche in Abt. 51 sind in den nächsten Tagen abgeschlossen.

Dr. Mannes.

Die gesamten von Dr. Mannes bearbeiteten Themen beziehen sich auf das Gebiet der Oxydation von Paraffin oder anderen Kohlenwasserstoffen.

1. Crack-Versuche mit hochmolekularem Paraffin aus der Fischer-Drucksynthese haben ergeben, daß die für die Oxydation in bestimmter Kettenlänge erforderlichen Paraffine in bester Ausbeute beim Cracken unter einem Druck von etwa 100 mm Hg und bei einer Temperatur von ungefähr 400° entstehen.

Unter diesen Bedingungen bekommt man ein Vorlauf: Hauptlauf-Verhältnis von 1: ca 2. Doch wird das eingesetzte Material dann nur zu ca. 50 % gespalten, so daß der nicht gecrackte Anteil abermals der Spaltung zugeführt werden muß. Versucht man, einen höheren Spaltungs-Grad zu erzielen, so erfolgt eine Vermehrung des für die Fettsäure-Synthese wertlosen Vorlaufs.

Durch immer wiederholte Crackung kann man also unter günstigsten Bedingungen das hochmolekulare Paraffin in $1/3$ Vorlauf und $2/3$ Hauptfraktion aufspalten.

Nun gibt aber die durch Cracken erhaltene Hauptfraktion unbrauchbare Fettsäuren, da sie naturgemäß eine hohe Jodzahl hat. Bisher war daher immer eine vor der Oxydation erfolgende Hydrierung des Crack-Paraffins oder besser des Olefins notwendig. Die Frage der Notwendigkeit einer Hydrierung wird weiter studiert.

2. Die erfolgreichen Crackversuche werden auf eine mehr den technischen Anforderungen entsprechende Apparatur übertragen. Gleichzeitig werden auch noch Crackversuche in Gegenwart von Katalysatoren ausgeführt.

Unter Druck hat Dr. Salzmann gecrackt. Diese Methode hat sich als vollkommen wertlos erwiesen.

3. Von den verschiedensten Firmen wird immer wieder Paraffin angeboten, das dann auf seine Verwendbarkeit geprüft wird. Ebenso wird durch Serienversuche das für die Gewinnung hochwertiger Fettsäuren günstigste Paraffin-Fraktionsgebiet immer stärker abgegrenzt.
4. Das hochmolekulare Rückstands-Paraffin aus der Drucksynthese läßt sich spielend oxydieren. Oxydiert man nur auf eine niedrige Verseifungszahl, so erhält man ein hartes Oxydat, das nach der Verseifung für die Verwendung in Bohnermassen und Schuhcremes besonders geeignet zu sein scheint. Die Rodlebener Berichte lauten sehr günstig; die Dehydag erhält immer neue Proben von uns. Auch Dr. Gieser soll zur Prüfung herangezogen werden.
5. Bei einem Besuch bei der Hiag ergab sich, daß diese größtes Interesse an destillierbaren Oxyssäuren hat. Wir oxydieren demgemäß einmal 20 kg in der erwünschten Richtung (einfach ohne Katalysator bei höheren Temperaturen) hin und stellen dann das Material zur Verfügung.
6. Die Oxydation von Fettsäure-Fettalkohol-Estern hat zu recht bemerkenswerten Ergebnissen geführt, die es als erwünscht erscheinen lassen, das Gebiet der Darstellung von Alkoholen direkt durch Paraffin-Oxydation erneut aufzunehmen.

Ursprünglich hatten wir gehofft, durch Oxydation von Estern und nachfolgende Verseifung der Ester zu den von Rodleben dringend erwünschten Dicarbonsäuren zu gelangen. Diese Versuche sind jedoch fehlgeschlagen.

7. Neben diesen Arbeiten laufen Untersuchungen von Wittener Produkten und von Fettsäuren der Abteilung 12.
8. Der Abbau der Weckerfettsäuren (in Form der Seife) im Autoklaven wird studiert, um einen Einblick zu gewinnen in die Reaktion, die sich beim Durchgang dieser Seifen im Abdestillations-Ofen der Abt. 12 abspielt.
9. Für Flotations-Versuche benötigt die Hiag Seifen aus Fettsäure-Individuen von C_9 bis C_{11} , die aus Paraffinsäuren isoliert werden sollen. Nach Fertigstellung wird das benötigte Material der Hiag zur Verfügung gestellt werden.
10. Dr. Schulz braucht die verschiedensten Metallseifen von Vorlauf- und Hauptfraktionsfettsäuren, um sie auf ihren evtl. Wert für die Klebstoff-Abteilung prüfen zu lassen.
11. Man hat sich schon von verschiedenen Seiten bemüht, durch Luftydation z.B. von Cyclohexanol zu Adipinsäure zu gelangen (I.G. und letzthin Dehydag). Man ist dazu gezwungen, um eine vernünftige Oxydation zu erzielen, in Eisessig zu arbeiten. Hier wurde nun gefunden, daß man eine glatte Oxydation beim Blasen mit Luft erzielt, wenn man der Oxydationsluft Spuren von Ozon beimischt. Die Reaktion wird nach allen Richtungen ausgearbeitet; nach Fertigstellung der Laborversuche werden die gesamten Ergebnisse und Erfahrungen der Dehydag übermittelt. Die Ausarbeitung

im einzelnen und die Isolierung der Dicarbonsäuren hat Dr. Salzmann übernommen.

12. Nebenher laufen noch Arbeiten, aus chlorierten Fettsäuren ungesättigte Säuren zu erhalten. Dabei entstehen erhebliche Mengen isolierbarer Lactone, für die, soweit sie niedermolekular sind, unter Umständen bei der Hiag Interesse bestehen könnte.
13. Das immer wieder bearbeitete Problem der Beseitigung der Geruchsbelästigung durch die Abgase der Paraffin-Oxydation ist insofern in ein neues Stadium getreten, als festgestellt wurde, daß man (im Labor!) die Ketone, Lactone und höhermolekularen Aldehyde aus der Abluft durch Waschen mit Paraffinöl, Vorlauf-fettsäure oder andern öligen Flüssigkeiten herausnehmen und dann den noch verbliebenen, in großen Mengen vorhandenen Formaldehyd durch Waschen mit Schwefelsäure restlos und mit Wasser fast vollständig entfernen kann. Der Geruch verschwindet im einen Fall vollkommen, im andern zu vielleicht 95 %. Diese Beobachtungen werden zurzeit auf ihre technische Bedeutung geprüft.

Dr. Salzmann. 1. Modellversuche zur Darstellung von Japanlack werden in der Weise durchgeführt, daß Saptenole, z.B. Dodecylkresol, bei hohen Temperaturen über Tonsil geleitet werden. Es wird versucht, dabei die aliphatische Seitenkette zu cracken und ihr einen ungesättigten Charakter zu verleihen.

2. Mit dem Ziel, zu mehrfach ungesättigten Fettsäuren zu gelangen, wird aus chlorierten Fettsäuren unter Anwendung verschiedener Methoden Chlorwasserstoff abgespalten. Der Erfolg der Bemühungen ist bis jetzt wenig befriedigend.

3. Die Chlorierungsversuche mit Fettsäuren werden jetzt unter derartigen Bedingungen durchgeführt, daß schon bei der Einwirkung des Chlors nur Herausnahme von Wasserstoff, aber keine Bildung von stabilen Chlorierungsprodukten mehr erfolgt.

4. Die früher durchgeführten Crotonaldehyd-Kondensationen nach Kuhn mit dem Ziel der Gewinnung stark ungesättigter Aldehyde und weiter entsprechender Fettsäuren sind vollkommen aufgegeben worden, da die Umsetzung zwar wissenschaftlich von der größten Bedeutung ist, praktisch aber wegen der hohen Kosten und der schwierigen Durchführung auf absehbare Zeit ohne Bedeutung ist.

Überhaupt dürfte der Synthese ungesättigter Fettsäuren keine große Bedeutung zukommen, da man zur Herstellung synthetischer trocknender Öle andere, leichter zugängliche chemische Verbindungs-Typen wählen dürfte. Die Lösung des Problems wird sicher in der Verwendung des Acetylens und seiner Derivate gefunden werden. Diese Arbeiten soll Dr. Köhler mit einem dafür noch besonders einzustellenden Mitarbeiter durchführen.

5. Die Hauptarbeit des Dr. Salzmann war bisher das Studium der Crackung von hochmolekularem Rückstands-Paraffin aus der Fischer-Drucksynthese. Das Ziel war dabei, unter Bildung von möglichst wenig niedermolekularem Vorlauf möglichst hohe Ausbeuten an Crack-Paraffin von der für die Oxydation grade richtigen Kettenlänge zu erzielen.

Während Dr. Mannes die Crackung bei vermindertem Druck studierte, verfolgte Dr. Salzmann die entgegengesetzte Richtung und arbeitete mit zum Teil sehr hohen Überdrucken. Er ging auch zur Verwendung von metallischen und oxydischen Crack-Katalysatoren über. Der Erfolg war mit Druck in allen Fällen der gleiche:

Die Druck-Crackung liefert vorzugsweise ein für uns wertloses, niedermolekulares Kohlenwasserstoff-Gemisch. Die Ketten werden zu weitgehend zerschlagen.

Dr. Salzmann arbeitet letzthin in der Dampfphase im Hochvakuum und leitet das verdampfte Paraffin durch ein mit Katalysatoren beschicktes, erhitztes Rohr. Über den Ausfall dieser Versuche läßt sich noch nichts sagen.

6. Dr. Mannes hat Versuche zur Luft-Oxydation von Cyclohexanon durchgeführt. Die Aufarbeitung der Oxydationsprodukte und die Isolierung der dabei entstandenen wertvollen Dicarbonsäuren führt Dr. Salzmann durch. Er soll dann auch später die Oxydations-Versuche übernehmen.

Dr. Schlegel. 1. Die Arbeiten, welche die Ketonisierung der Vorlauf-säuren, die Hydrierung der Ketone zu den sekundären Alkoholen und deren Sulfonierung betreffen, wurden vollständig beendet und nach Abschluß an Rodleben zur Übertragung in größere Dimensionen abgegeben.

Die weitere Prüfung der sec. Alkohol-Sulfonate zeigt immer deutlicher, daß man es hier mit ausgezeichneten Netzmitteln zu tun hat, daß das Waschvermögen jedoch selbst in den höhermolekularen Anteilen unbefriedigend ist.

In den Ketonen stehen große Mengen eines neuen Materials zur Verfügung, für das noch andere Verwendungsmöglichkeiten gesucht werden müssen. Dr. Wiesler von der Hiag hält es z.B. für möglich, daß in diesen Ketonen Lösungsmittel mit neuartigen Eigenschaften

vorliegen könnten. Ein größeres Quantum an Keton-
gemisch wurde ihm daher für Versuche zur Verfügung
gestellt. Würde in der angedeuteten Richtung ein
Verwendungszweck gefunden, so könnten die Vorlauf-
säuren wahrscheinlich mit einem Preis von 50 - 60 Pfg.
p. kg bewertet werden.

Unser Klebstoff-Werk hat großes Interesse an ausge-
zeichneten, nicht zu teuren Netzmitteln, die möglichst
schlecht schäumen. Diese können wir aus den nieder-
molekularen Vorlauf-Fractionen herstellen. Die Pro-
dukte sind Dr. Schulz für Versuche zur Verfügung
gestellt worden.

An Versuchen mit Ketonen, die vom wirtschaftlichen
Standpunkt her aussichtsreich scheinen, läuft die
Kondensation von Ketonen mit Vinylchlorid.

Wenn die Vorlaufsäuren der P-Oxydation direkt, also
ohne vorhergehende Ketonisierung, hydriert werden,
so kommt man bekanntlich zu den primären Alkoholen.
Diese sind für sich als Lösungsmittel (auch nach
Versuchen der Firma Dr. Albert) ohne jedes Interesse.
Die Darstellung und Prüfung der Acetate dieser Alko-
hole, speziell der niederen, als Lösungsmittel und
Weichmacher, ist an die Dehydag abgegeben worden.

Die Sulfonate dieser Alkohole scheinen wertlos zu
sein. Dessen ungeachtet werden sie jedoch im Kleb-
stoffwerk einer Prüfung auf Verwendbarkeit als gering-
wertigere Netzmittel unterzogen.

2. Die Heite aus der fertig durchgearbeiteten Zucker-
hydrierung sind nach amerikanischen Erfahrungen der
Atlas Powder Comp. für bestimmte Verwendungszwecke

dem Glycerin nicht nur gleichwertig, sondern sogar überlegen. Die Dehydag, der unsere Erfahrungen in der Darstellung der Hexite und, weitergehend, auch des Dioxypropans (eines Glykols) aus Zuckern übergeben wurden, will nach Absatzmöglichkeiten in Deutschland suchen.

Auch für die Hexite, speziell für Sorbit, hat Dr. Schulz großes Interesse. Für Versuche wurden ihm die benötigten Mengen zur Verfügung gestellt. Zum Studium des Ausgangsmaterials für die Zuckerhydrierung wurden die Hydrierversuche auf Dextrose, Dryose und Kapillarsyrup ausgedehnt. Dabei mag Erwähnung finden, daß wir z.B. Stärke ohne Anwendung von Mineralsäuren oder Enzymen einfach mit Kohlendioxyd verzuckern und dann ohne weitere Behandlung im gleichen Autoklaven hydrieren können. Die Verzuckerung von Holz in der gleichen Weise ist bis jetzt leider nicht gelungen.

Die Hiag wurde angeregt, ihre Flotationsmittel auf Xanthogenatbasis, die als geschäftlich sehr aussichtsreich bezeichnet wurden, doch auch ~~auf~~ einmal auf Dioxypropan und Hexit als Xanthogenat-Komponente an Stelle der bisher verwandten Alkohole abzustellen. Entsprechende Muster wurden Dr. Wiesler bereits übersandt.

3. Versuche, über die Vorlaufketone zu neuen, alkali-beständigen, hochwirksamen Desinfektionsmitteln zu kommen, wurden nach Mißerfolgen abgebrochen. Ebenso ergebnislos waren Versuche mit chlorierten Ketonen.

Bei dieser Gelegenheit wurde mit Chloraceton jedoch ein schönes Kunstharz gefunden. Als Chloraceton mit Phenol kondensiert wurde, was glatt geht und bekannt ist, und dann hydriert wurde, resultierte ein glasklares, nur noch schwach gefärbtes Harz, von guter Härte und dem so erwünschten hohen Erweichungspunkt.

Wahrscheinlich wird sich auch noch die letzte Spur von Gelbfärbung wegbringen lassen. Der Verbindungstyp wird nach allen Richtungen bis zur Patentanmeldung ausgearbeitet. Dann wird das Kunstharz Dr. Gieser, der Dehydag und Fa. Dr. Albert zur Beurteilung übergeben. Die Lösung des Kunstharzes dürfte z. B. nach Zusatz eines geeigneten Weichmachers einen guten Lack zum Lasieren usw. abgeben.

4. In den Fischer-Paraffinen steht ein Ausgangsmaterial von ausgezeichneter Reinheit zur Verfügung. Man muß versuchen, mit diesem Material neuartige Reaktionen auszuführen, um auf andern als den bisherigen Wegen z.B. zu Fettsäuren und Fettalkoholen zu gelangen. Man läßt daher alle möglichen uns zugänglichen, mehr oder weniger reaktionsfähigen Grundstoffe zum Teil bei sehr hohen Drucken und Temperaturen auf Paraffin einwirken.

Genannt sei das Studium der Umsetzung von Paraffin mit Phosgen, Chlorameisensäureester, Acetylen, Kohlenoxyd, Kohlendioxyd und Vinylchlorid. Ein Teil der Arbeiten dient dem Versuch, zu synthetischen trocknenden Ölen zu gelangen.

5. Der wertvolle Bestandteil des Japanlacks ist das Urushiol, ein Brenzcatechin, das in o-Stellung eine unverzweigte, ungesättigte Seitenkette enthält.

Das Urushiol regte zur Durchführung von synthetischen Versuchen zur Darstellung wertvoller synthetischer Lackkomponenten an, die von mehreren Bearbeitern durchgeführt werden.

Dr. Schlegel kondensiert z.B. Oxybenzylchlorid mit Natriumoleinat.

6. Die Oxydation von Paraffin zu Fettsäuren erfolgt natürlich am wirtschaftlichsten und am einfachsten durch Blasen mit Luft. Um aber nichts zu versäumen, wird auch die Oxydation mit Natriumsuperoxyd oder Wasserstoffperoxyd in Eisessig und mit Kaliumpermanganat und Bichromat noch einmal untersucht.

Dr. Elbel.

1. Nachdem eine umfangreichere Arbeitsreihe gezeigt hatte, daß wirksame Verbindungen von Trilon-artigen Charakter Stickstoff enthalten und in Form von mehrbasischen α -Aminocarbonsäuren vorliegen müssen, daß weiter unter den preislich interessierenden Produkten die Trilone der I.G. weit an der Spitze liegen und Umgehungen ihres hohen Preises wegen nur wissenschaftliches Interesse beanspruchen können, wurde die Darstellung des Trilon A genau untersucht, dessen Ausgangsmaterialien uns zugänglich sind,

Die Versuche, die mit größeren Mengen durchgeführt wurden, sind zu einem gewissen Abschluß gelangt, so daß dann eine Kalkulation aufgestellt werden kann. Das Ziel der Bemühungen ist, die Unterlagen dafür zu schaffen, um evtl. mit der I.G. in Lizenzverhandlungen betr. Selbsterstellung von Trilon eintreten zu können.

2. Dr. Elbel bearbeitet die Mehrzahl der Verbindungen, die als Patentbeispiele oder zur Bekämpfung von Einsprüchen und zur Anstellung geforderter Vergleichsversuche benötigt werden. Derartige Präparate sind fast ohne Unterbrechung in Arbeit.
3. Zur Verwendung in Waschmitteln und in alkalischen Reinigern kommen nur Desinfektionsmittel auf phenolischer Grundlage in Frage.

Nach persönlicher Mitteilung von Herrn Dir. Dr. Moehrl von der Teerverwertung ist dort im Labor die Isolierung einer ganzen Reihe von neuen Phenolen gelungen, die bei Bedarf zu verhältnißmäßigem Preis auch in größeren Mengen aus dem Teer herausgeholt werden können. Proben dieser Phenole wurden bezogen und werden, soweit sie nach Untersuchungen von Dr. Firsgau wirksame Desinfektionsmittel sind, durch Alkylierung und Chlorierung in ihrer Wirksamkeit gesteigert.

Da die Erfahrung gezeigt hat, daß ein Rest von elektronegativem Charakter am phenolischen Kern die desinfizierende Kraft wesentlich steigert, andererseits die theoretischen Substitutionsmöglichkeiten aber in fremden Patenten schon erschöpft sind, versuchen wir, eine noch verbliebene Lücke auszunutzen. Dazu werden o- und p-Oxy-acetophenon alkyliert. Von derartigen Produkten ist gute Wirksamkeit zu erwarten.

Ein weiterer Typ, der studiert wird, liegt in den Amiden der p-Oxy-benzoesäure vor.

Weiter soll noch das p-Oxybenzolsulfonamid geprüft werden.

4. Zwecks Herstellung von Lackgrundstoffen von Urushiol-artigem Charakter (Japanlack) werden vorerst Modellversuche durchgeführt, z.B:

Kondensation von Oleylalkohol mit Phenol, mit darauffolgender Abspaltung des aliphatischen Hydroxyls.

Kondensation von Oleylchlorid mit Phenol.

Kondensation von Estern oder andern Derivaten der Ricinusölsäure mit Phenol mit darauffolgender Wasserabspaltung.

Umsetzung von Mesityloxyd und Phoron (leicht zugänglich) mit Phenol.

5. Das Nacconol ist nach den Befunden des Textillabors ein recht interessantes Produkt, das zwar einen hohen, aber dünnblasigen und unbeständigen Schaum gibt, im Waschvermögen jedoch dem Fewa praktisch ebenbürtig ist, zudem Fewa im Netzvermögen übertrifft.

Die Ermittlung der Konstitution des Nacconols macht große Schwierigkeiten, sie wird unabhängig von Dr. Hintermaier und Dr. Elbel bearbeitet. Sowie die Substanz bekannt sein wird, wird Dr. Elbel eine größere Zahl derartiger Verbindungen synthetisieren und sie dem Textil-Labor zur Prüfung übergeben.

Dr. Wolter.

1. Nach der Anmeldung von Lüdecke läßt sich die in einem früheren Patent behauptete Fettbildung durch Einwirkung von Kohlehydraten auf zerkleinerten Samen noch durch Vorbehandlung des Samens mit Wärme von 60° auf rund das Doppelte steigern.

Die Nachprüfung der Angaben erbrachte keine wesentlichen Unterschiede zwischen vorbehandeltem und nicht vorbehandeltem Samen.

Andererseits wurde festgestellt, daß eine scheinbare Fettzunahme nicht auf Kosten der zugesetzten Kohlehydrate geschehen sein kann, denn diese waren quantitativ wieder zu erfassen. Bei dem von Lüdecke beschriebenen Effekt handelt es sich demnach nur um einen Aufschluß des Samenzellmaterials durch die langdauernde Behandlung des Samens in alkalischem oder saurem Medium gemäß der Patentvorschrift.

2. Prof. Baumgarten hatte mir vertraulich Kenntnis von einer Patentanmeldung zur Darstellung von SO_3 -Additionsprodukten gegeben, die für die Sulfonierung besonders wertvoll sein sollten. Er war bereit, seine Schutzrechte an die Firma zu verkaufen.

Prof. Baumgarten hat festgestellt, daß z.B. Borate, Ortho-, Pyro- und Metaphosphate, Jodate, Carbonate usw. begierig SO_3 aufnehmen und damit stabile Additionsprodukte bilden, die sulfonierend wirken und im Gegensatz zum Additionsprodukt mit Kochsalz, dem Natriumchlorsulfonat, durch Wasser nur langsam zersetzt werden. Diese Additionsprodukte rauchen alle nicht an der Luft, im Gegensatz zum NaSO_3Cl , und lassen sich leicht transportieren.

Die experimentelle Nachprüfung durch Dr. Schnitzspahn in einer eigens für diese Zwecke konstruierten Apparatur ergab, daß die Schwefeltrioxyd-Addition tatsächlich in der von Prof. Baumgarten angegebenen Weise erfolgt, daß aber diese Verbindungen z.B. gegen Fettalkohole nur so langsam sulfonierend wirken, daß ihnen keine praktische Bedeutung zukommt. Der Ankauf des Verfahrens wird daher abgelehnt, obgleich die Bildung der Additionsverbindungen verblüffend ist.

Die Anregung gab Veranlassung, sich auch einmal mit den schon vor langen Jahren beschriebenen, aber vollkommen unbeachtet gebliebenen Schwefeltrioxyd-Additionsprodukten mit Nitrit und Nitrat zu befassen, die recht reaktionsfähig sind und auf spezielle Verwendungsmöglichkeiten untersucht werden müssen. Derartige Versuche sind durch Dr. Wolter jetzt in Angriff genommen worden.

3. Eine verschollene Reaktion ist die Bildung der Monoalkyläther von Glykolen aus Ketonen und Aether. Es wird versucht, diese Reaktion auf die Ketone aus Vorlaufsäuren zu übertragen und zu evtl. für Dehydrierten interessanten Produkten zu gelangen.

4. Es wird versucht, neue Reaktionen zum Wasserfestmachen von Textilien aufzufinden, die in Gegenwart von Wasser ablaufen können. Dabei wird nach Verbindungen mit leicht beweglichem Chlor-Atom gesucht, die mit Pyridin umzusetzen sind und dabei die gewünschten Ausgangsstoffe liefern, die nun auf die Faser zur Einwirkung gebracht werden. Nachdem Versuche mit Ketochloriden gescheitert sind, wird jetzt das Benzylchlorid untersucht, in das zum Wasserabstoßendmachen ein Fettalkyl eingeführt werden muß. Weiter versucht Dr. Wolter, in alkylierte Benzole und Naphtaline die Chlormethyl-Gruppe einzuführen, um auf anderm Wege zum gleichen, erwünschten Verbindungstyp zu gelangen.

Verbindungen, die ohne Verwendung von Pyridin in Frage kämen, könnten evtl. bestimmte Lactone sein. Zur Zeit wird daher die Einwirkung von β - und δ -Lactonen auf die Textilfaser geprüft, um festzustellen, ob der Lactonring überhaupt unter Reaktion mit Hydroxyl-Gruppen der Zellulose geöffnet wird.

5. Der in beliebigen Mengen zur Verfügung stehende Acetaldehyd wird nochmals darauf hin untersucht, ob irgendwelche für uns interessante Verbindungen daraus hergestellt werden können.

Über die Aldol-Kondensation wird Butylenmonochlorhydrin dargestellt, das mit Phenol unter anschließender Wasserabspaltung umgesetzt wird. Die Reaktion wird auch auf Kresol und Brenzcatechin übertragen. Das Ziel ist, zu Lackrohstoffen zu gelangen.

Nebenbei wird untersucht, ob man mit dem aus Acetaldehyd zugänglichen Dialdan etwas anfangen kann.

6. Studiert wird ferner die Verwertung von Ablaugen aus dem Sulfat-Verfahren zur Herstellung von Zellstoff aus Stroh. Es soll versucht werden, die in den Ablaugen enthaltenen großen Mengen organischer Substanzen durch Kondensation zu Kunstharz-ähnlichen Massen zu verarbeiten, die evtl. die Qualität von Pappen bei Zusatz verbessern könnten. Die Erfolgsaussichten für diese Versuche sind recht gering.

Dr. Schnitzspahn ist wieder für 2 Monate zum Militär und scheidet dann durch Übernahme in einen Betrieb des Herrn Dir. Dr. Weber aus Abteilung 51 aus.

Ein Ersatzmann für Dr. Schnitzspahn steht in Aussicht. Er hätte vornehmlich das Gebiet der synthetischen trocknenden Öle weiterzubearbeiten.

Dr. Alsfeld ist fast ausschließlich in Inden tätig und führt die Versuche zur gleichzeitigen Herstellung von Furfurol und Stroh aus Pappe durch.

Ein endgültiges Urteil über die Versuche, speziell über die Furfurol-Ausbeuten, läßt sich noch nicht abgeben. Doch läßt sich die Entwicklung eher optimistisch als negativ beurteilen.

Das in Inden gewonnene Furfurol ließ sich bei der Dehydrazin glatt zum Tetrahydrofurfurylalkohol hydrieren.

Dr. Köhler und
Dr. Lobenstein.

1. Auf dem Gebiet der für Böhme wichtigen waschfesten Apparaturen ist eine alkalilösliche Zelluloseglykolsäure ausgearbeitet worden, die mit durchaus positivem Ergebnis geprüft wurde. Neben dieser Arbeit laufen Versuche, zu weniger viskosen Produkten zu gelangen und deren Anwendung zu prüfen.
2. Für die Verwendung als Schlichte werden Mischungen von Z 26 mit Stärke in Zusammenarbeit mit Böhme untersucht. Dabei muß, im Hinblick auf eine Verwendung dieser Schlichten für Zellwolle, der Quellung dieser Mischprodukte in feuchter Luft ein besonderes Augenmerk zugewandt werden.
3. Bisher durchgeführte Versuche, aus abgebauter Stärke Druckverdickungsmittel herzustellen, die Böhme verkaufen müßte, verliefen unbefriedigend. Doch werden die Bemühungen von der Stärke aus zu Druckverdickungsmitteln und womöglich noch zu andern Textilprodukten zu kommen, fortgesetzt.
4. Das Angebot, eine Erfindung zur Darstellung von Glanzstärke aus Kartoffelstärke zu erwerben, hat uns dazu angeregt, das Gebiet der Herstellung einer wirklich brauchbaren trocknen Wäschstärke aus Kartoffelmehl noch einmal eingehend durchzuarbeiten. Die uns angebotene flüssige Glanzstärke zeigte jedenfalls bei der praktischen Vorführung in einer Wäscherei gute Eigenschaften.
5. Sehr interessant sind die Ergebnisse auf dem Melamin-Gebiet.

Da es natürlich wünschenswert wäre, unabhängig von der Ciba-Anmeldung Melamin selbst preiswert herstellen zu können, so wird nach einem unabhängigen Weg gesucht. Bis jetzt machen die Versuche einen ungünstigen Eindruck, und mit einem Erfolg ist auch kaum zu rechnen. Man wird in Zukunft auf den Bezug des Melamins von der I.G. angewiesen sein.

Ein offenbar für die Heiß- und Sperrholzverleimung sehr brauchbares Produkt konnte durch Mischen von Melamin-Formaldehyd-Harz mit Stärkeprodukten erhalten werden. Je nach dem Gehalt des Gemisches an Harz erzielt man eine mehr oder weniger heißwasserfeste Verleimung und eine entsprechende Preisgestaltung. Von Produkten, die an Stelle von Kasein-Leim dienen können, kann man bis zu hohen Qualitäten kommen. Prätslich dürfte das Gemisch mit Kaurit-Leim der I.G. konkurrenzfähig sein, sobald die I.G. das Melamin zu einem vernünftigen Preis liefert. Der jetzige Preis von RM 3.30/kg macht einen Verkauf des Leimes unmöglich. Ein Nachteil ist es, daß die Verleimung in der Hitze vorgenommen werden muß, doch sind die erforderlichen Einrichtungen in deutschen Fabriken überall vorhanden.

Die Ciba ist von den Zukunfts-Aussichten eines von ihr entwickelten Leims auf Melamin-Basis sehr überzeugt. Wahrscheinlich dürfte es sich bei ihr um Produkte handeln, die den unsern ähnlich zusammengesetzt sind. Die Patent-Priorität der Ciba ist anzunehmen, da sie die Produkte wahrscheinlich schon seit 1 - 2 Jahren in Händen hat. Daraus folgt für uns der Zwang, uns mit der Ciba auf dem Melamin-Klebstoffgebiet zu einigen, um unbehindert durch ein entgegenstehendes Schutzrecht der Ciba in Deutschland auf dem Klebstoffgebiet frei arbeiten zu können. Die Verhandlungen dürften zu einem guten Abschluß kommen. Sie sind schon weit gediehen.

6. Auch bei Dr. Köhler laufen Versuche, zu synthetischen trocknenden Ölen zu kommen.

Als Herstellungsbasis dient einmal der Crotonaldehyd und dann das Aceton.

Es soll dann noch zur Verwendung von Acetylen, Aethylen und Vinylchlorid, also, von den beliebigen Mengen zugänglichen Stoffen, übergegangen werden.

Da die Arbeiten der Klebstoff-Abteilung besonders för-
derungswürdig erscheinen, ist die Einstellung eines weiteren
rein synthetisch arbeiten Chemikers geplant.

