

7. Oktober 1941.

B

40/10/4

3446 - 30/5.07 - 61

Herren Prof. Martin
Dr. Hagemann
Direktor Alberts

001040

Betrifft: Versuche zur Kohlenoxydhydrierung durch Zusatz von Acetylen in der Flüssigphase unter Druck.

Die bereits in einem vorangegangenen Bericht (1. August 1941) geschilderten Ergebnisse über die CO-Hydrierung mit Acetylenzusatz in der Flüssigphase bei einem Betriebsdruck von 100 atü sollen nunmehr durch die Ergebnisse eines Versuches ergänzt werden, der dem vorhergehenden praktisch analog gefahren wurde mit dem Unterschied, daß der Betriebsdruck während des Versuches auf nur 20 atü gehalten wurde. Die übrigen Zahlen seien nur ganz kurz erwähnt: mittlere Reaktionstemperatur 100°, Wassergas + 18 % C₂H₂; der mittlere Umsatz betrug von: Acetylen 85 %, CO 20 %, H₂ 40 %.

Die Versuchsanordnung war ebenfalls die gleiche wie beim vorherigen Versuch; als Einsatzprodukt für die flüssige Phase fand dieses Mal Heptan Verwendung, im Gegensatz dazu war früher Pentan eingesetzt worden. Der Versuch lief ca. 100 Std.

Das ausgebrauchte Flüssigprodukt wurde in einer kleinen Braun'schen Glockenbudenkolonne mit 20 Bäden destilliert. Folgende Fraktionen wurden erhalten:

Vorlauf	bis 93°
Hauptfraktion	93 - 100°
Rückstand über	100°

Die Bestimmung der Konstanten der Hauptfraktion ergab, daß hier praktisch reines Einsatzprodukt, also Heptan vorlag.

Auf eine weitere Untersuchung konnte daher verzichtet werden. Vorlauf und Rückstand wurden in einer Widmer-Kolonne erneut fraktioniert, und zwar so, daß 50 % als Vorfraktion abgenommen wurden, die restlichen 50 % wurden als Rückstand für sich untersucht. Ein Schema über den Destillationsverlauf ist dem Bericht als Anlage beigegeben.

Die Bestimmung der OH-Zahl, CO-Zahl, N.Z. und V.Z. der erhaltenen 4 verschiedenen Fraktionen ergab, daß praktisch der gesamte Vorlauf ebenfalls aus Heptan bestand. Die Destillation in der kleinen Braun'schen Kolonne hatte also keine scharfe Trennung ergeben. Die sauerstoffhaltigen Verbindungen sind, wenn man das der Siedelage entsprechende Molegewicht berücksichtigt, prozentual in nur geringen Mengen vorhanden. (1 - 2 % und tiefer) Auf eine Isolierung mußte daher verzichtet werden. Auch im Vorlauf des sogenannten Kolbenrückstandes liegen die Verhältnisse ähnlich; sauerstoffhaltige Verbindungen sind auch hier nur in minimaler Menge anwesend, eine Isolierung bzw. Identifizierung dieser Verbindungen konnte daher gleichfalls nicht durchgeführt werden. Die Dichten der bisher erwähnten Fraktionen zeigen ebenfalls eindeutig das Vorhandensein einer fast reinen C₇-Fraktion.

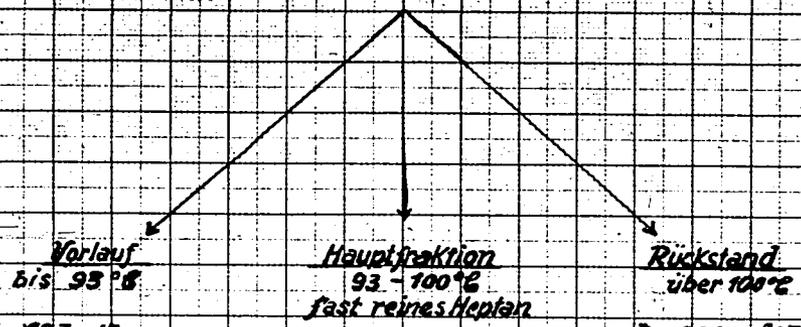
Lediglich die höher siedenden Anteile des Kolbenrückstandes enthielten sauerstoffhaltige Verbindungen in nennenswerter Menge. Anwesend sind Ester, Säuren, Alkohole und Aldehyde. Eine Aufarbeitung zwecks Reindarstellung dieser Substanzen war infolge der nur geringen Menge Ausgangsprodukt unmöglich. Jedoch läßt sich sagen, daß im Vergleich zu dem im vorigen Bericht geschilderten Versuch die Verringerung des Druckes von 100 auf 20 atü gleichzeitig eine starke Verminderung der sauerstoffhaltigen Reaktionsprodukte im Gefolge hatte. Dagegen liegt die Jodzahl als Kriterium für die Anwesenheit von Olefinen in diesem Versuch höher als im vorhergehenden, die olefinischen Anteile dürften allerdings mit ziemlicher Sicherheit den neu gebildeten Kohlenwasserstoffen zuzuordnen sein und nicht den sauerstoffhaltigen Produkten, wenn man gewisse Parallelen zu den Versuchen in der Gasphase zuläßt.

Zusammenfassend läßt sich sagen, daß niedrige Drucke bei der CO-Hydrierung unter Zusatz von Acetylen in der Flüssigphase ebenfalls keine Anzeichen für die Bildung ungesättigter sauerstoffhaltiger Verbindungen gegeben haben, und daß im Gegensatz zu analogen Versuchen in der Gasphase auch die olefinischen Anteile der entstandenen Benzine erheblich zurückgegangen sind.

Versuch 10

031042

Gesamtprodukt
Destillation: Kl. Bruntsche Kolonne



Vorlauf
bis 95 °C

D_{20} 0,694 SOZ. 15

OHZ. 4 NZ 16

VZ 20,5 JZ 15,6

Hauptfraktion
93 - 100 °C
fast reines Heptan

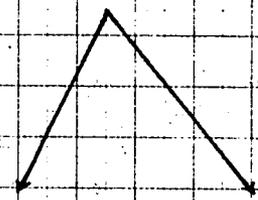
Rückstand
über 100 °C

D_{20} 0,780 SOZ. 22

OHZ. 21 NZ 14,7

VZ 30,1 JZ 29,6

Destillation
in der Widmer-Kol.



Vorlauf II
50%

D_{20} 0,689

SOZ 10,3

OHZ 5

NZ 16,7

VZ 20,8

JZ 24,9

Rückstand II
50%

D_{20} 0,698

SOZ 16,4

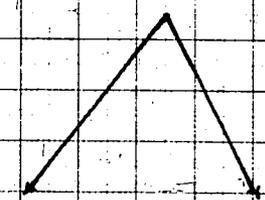
OHZ 3,0

NZ 12,7

VZ 16,4

JZ 9,2

Destillation
in der Widmer-Kol.



Vorlauf III
50%

D_{20} 0,702

SOZ 6,8

OHZ 8

NZ 3,2

VZ 7,6

JZ 14,5

Rückstand III
50%

D_{20} 0,854

SOZ 30,8

OHZ 35,9

NZ 30,6

VZ 63,4

JZ 52,5