

*Reaktion von Hydroperoxyd
Oberhausen-Holten*

Oberhausen-Holten, den 13. September 1938.
RB Abt. BYA Lohm/Op.

Feltner 525

00517

Herrn Professor M a r t i n .

Beim bei der Synthese gebildete Säuren

Ihr Schreiben vom 27.6.1938.

In der Anlage überreichen wir Bericht Nummer 574, aus welchem hervorgeht, dass die im Reaktionswasser und AK - Wasser enthaltenen, wasserlöslichen Produkte bei verschiedenen Kontakten, sowohl bei der Drucksynthese als auch bei der drucklosen Synthese, ungefähr gleich sind und zwischen 0,5 und 1 % der gesamten flüssigen Produkte betragen. Die im Reaktionswasser enthaltenen, wasserlöslichen Produkte bestehen zu ungefähr 40 % aus Säuren, (als Essigsäure berechnet), während die im AK - Wasser enthaltenen Produkte nur zu 5 % und weniger aus Säuren (als Essigsäure berechnet) bestehen. Da die Konzentration dieser Stoffe in den beiden Wässern sehr gering (0,05 - 0,5 %) und zudem ihre Isolierung unumständlich ist, erscheint ihre Gewinnung nicht aussichtsreich. (Vergleiche Bericht vom 7. April 1938). Koch, Fichler und Kölbl (Br. - Ch. 14, Seite 382 - 387 (1935)) haben im Reaktionswasser, das bei Normaldruck - Synthese mit Wassergas an Co - Cu - ThO₂ - Kontakten anfiel, einen Gehalt von 0,09% Säuren festgestellt, welche nur aus geedtigten Verbindungen bestanden.

Bei den in den Syntheseprodukten enthaltenen Säuren schei-
 nen die Konzentrationen bei der Drucksynthese erheblich grö-
 ßer zu sein als bei der drucklosen Synthese, so weit bis jetzt
 für die Drucksynthese schlüssige Unterlagen vorliegen:
M.f. der flüchtigen Reaktionsprodukte.

Synthese	1 Drucklos (Koch, Pichler, Kälbel)	2 Drucklos RB Betrieb	3 Druck DVA	
Kontakt	Ge-Ge-ThO ₂	GeThO ₂ u. GeMg	GeThO ₂ (Ofen 3)	Ge-Mg- ThO ₂ Ofen 3
Reaktantprodukt	~ 1,4	~ 0,2	~ 1,6	-
Kondensat (150- 160°, SIK ~ 220°)	-	0,8 - 0,5	~ 2,7	~ 1,7
Dieselöl (200 - 220°, SIK ~ 160)	-	0,2 - 0,4	-	-

- 1) Koch, Pichler und Kälbel, a.a.O. Das mittlere Molekular-
 gewicht ist zu 116 angegeben und der Gehalt der Synthese-
 produkte an Säuren mit 0,06 Gew.%. Die insgesamt bei der
 Synthese gebildeten Säuren sind mit 0,35 Gew.% der flüssi-
 gen Kohlenwasserstoffe angegeben.
- 2) Mittelwerte des RB-Betriebes.
- 3) Vergl. Bericht von 23.11.37 über „Zusammensetzung der
 Produkte aus der Drucksynthese.“

Nimmt man das mittlere Molekulargewicht der in den Ölfrak-
 tionen enthaltenen (wohl überwiegend einbasischen) Säuren
 mit ca. 250 an, so entspricht eine NZ von 1 einem Säuregehalt
 der Öle von rd. 0,3 - 0,4%. Bei der drucklosen Synthese
 enthalten Kondensat und Dieselölfraktion also rd. 0,1-0,2%
 Säuren, während bei der Drucksynthese nach den bisher vor-
 liegenden Untersuchungen der Wert bei ca. 0,5 - 1,2% liegt.

Diese Säuremengen können durch Laugung auf verhältnismässig einfache Weise gewonnen werden. Soweit die Dieselölfraktion (200 - 320°) zur Gewinnung von RGH-Dieselmotortreibstoff gelangt werden muss, fallen die Na-Salze der Säuren zwangsläufig an.

Wir haben aus einer grösseren Menge Öl der Fraktion 200 - 320° die Säuren durch Laugung herausgeholt, die Lauge von Neutralölen befreit und durch Ansäuern die Säuren in Freiheit gesetzt. Die rohen Säuren wurden im Vakuum destilliert. Die so gewonnenen hellgelben Säuren haben einen Siedebereich zwischen 200 und 310° (bei Normaldruck) und ein mittleres Molekulargewicht von ca. 265 (was ca. $C_{15}H_{31}COOH$ entspricht). Die Jodzahl ist 18,1, was einen Gehalt von ca. 10% ungesättigten Säuren entspricht. Vorläufige Untersuchungen haben auch die Gegenwart von Oxysäuren wahrscheinlich gemacht.

Wir beabsichtigen, in grösserer Menge herzustellen und eingehender analytisch zu untersuchen:

- 1.) diese Fettsäuren,
- 2.) Fettsäuren, die wir aus Kondensatöl isolieren werden,
- 3.) Säuren, die aus dem Reaktionswasser der Drucksynthese isoliert sind,
- 4.) Säuren aus dem Kondensat der Drucksynthese.

Eine kleine Probe der aus der Dieselölfraktion isolierten Säuren fügen wir diesem Bericht bei.

Där.: Mg.
v.

Ru

Bei der Synthese entstehende wasserlösliche
Produkte.

0520 52°

Ofen-Nr.:	RB-0900 41	RB-0900 92			WV-0900 5				
Datum:	2.9.1938	12.9.1938	/	/	2.9.38				
Druck:	drückt	drückt	drückt	Druck	Druck				
Kontakt:	O-78 ₂ -1 ₃	O-78 ₂ -1 ₃	Co-78 ₂	Co-78 ₂	Co-78 ₂ -1 ₃				
<u>I. Reaktionsdaten</u>			nach	s. Bericht					
Ofentemperatur °C	200,5	196	Pichter	na	191				
Ofendruck (atmosph.) atm	15	13	Pichter	2.4.38	?				
Reaktionsdauer	2605	240	Br. (77.29.302 (1935))		100?				
Ofenbelastung	440	1,21			475				
Mo ³ Si ₂ Se ₂ / g Co ²									
<u>II. Analysen</u>	Reaktion Menge	AK- Menge	Reaktion Menge	AK- Menge	Reaktion Menge	AK- Menge			
<u>III. Ergebnisse</u>									
Reaktion an wasserlösliche Produkte g / g Mo ³	440	477	422	432	3-5	47-24	4,9	2,9	
Reaktion an wasserlösliche Produkte g / Mo ³ Si ₂ Se ₂	0,11	0,22	0,37	0,09	0,5-0,7	0,1-0,5	0,51	0,19	
g / Mo ³ Si ₂ Se ₂	0,13	0,27	0,45	0,11	-	-	0,62	0,23	
Summe der wasserlöslichen Produkte g / Mo ³ Si ₂ Se ₂		0,32		0,42	nicht angegeben		0,6-0,2	0,70	
g / Mo ³ Si ₂ Se ₂		0,40		0,56			-	0,85	
3 d. freie Produkte		0,9		0,5	n 0,3	ca. 1,0		0,63	
d. 30	412	405	493	454	100-100	100-100	100	100	
Jodzahl	412	46	37	46	0	12-16	2,5-3,0	4,3	4,6
NZ	370	30	500	110		10-20	5-30	300	5
VZ	420	60	530	170		10-30	9-30	-	-