

Oberhausen-Mülheim, den 30.9.1942.

Abtg. VL Roe/Fu.

004501

30.9.1942	
1942	
4	

Herrn Prof. M a r t i n .

Bezir.: Tätigkeitsbericht des Forschungslaboratoriums für die
Monate Juli / August 1942.

1. Katalysatorherstellung (Heckel).

Der grosse Einfluss auf Aktivität und Syntheserichtung, welchen die Art der Kieselgurzugabe bei der Fällung von Eisenkatalysatoren haben kann, wurde durch weitere Versuche bestätigt. Beispielsweise gab ein Eisen-Kupfer-Kalium-Katalysator sehr verschieden hohe Anfangskontraktionen je nach der Menge der vorgelegten Kieselgur:

Vorgelegte Kieselgur in %	100	50	10	0
Anfangskontraktion %	4	7	30	32

Für die D.V.A. wurden 200 l paraffinbildender Eisenkontakt hergestellt und abgeliefert. Für die Methanisierung wurden 600 l Nickelkontakt sowie 200 l Kupferkontakt hergestellt. Der grösere Teil des Nickelkontaktes wurde erstmalig durch Regeneration aus gebrauchter Masse gewonnen, ohne dass Schwierigkeiten dabei auftraten.

2. Mitteldruck-Synthese (Heckel).

Eisenkatalysatoren, deren Kupfergehalt auf 10% erhöht wurde, zeigten mit nachgelegter Kieselgur 20 - 30% Paraffin und eine erhöhte Bildung sauerstoffhaltiger Produkte. Wurden jedoch 10% der Kieselgur vorgelegt, so wurden sehr günstige Paraffinausbeuten erhalten.

Ein paraffinbildender Eisenkatalysator wurde zwei Monate lang bei 245° in einer Wassergasatmosphäre aufbewahrt. Nach der Inbetriebnahme war die Paraffinausbeute erheblich gegenüber den unvorbehandelten Katalysatoren vermindert.

3. Fermentation von Propylaldehyd (Lenke).

Durch zahlreiche systematische Versuche wurde sichergestellt, dass das als Hilfsflüssigkeit verwendete Dieselöl wiederholt ohne Nachteil eingesetzt werden kann, ohne dass man es selbst destillieren muss, wenn man die leicht siedenden Produkte im Vakuum derart abtreibt, dass die Blasen-temperatur 110° nicht

004502

Überschreitet. Unter diesen Umständen nähert sich die Menge des gelösten Kobalts einem Endwert von 0,6 g Co/l.

4. Oxo-Synthese (Fritzsche).

Es wurden hergestellt:

416 kg Schetaldehyde

205 kg Rohalkohole

35 kg Reinalkohole.

Abgeliefert wurden insgesamt 1020 kg Oxo-Produkte verschiedener Art.

5. Herstellung von Fettsäuren (Bühner).

Es wurden hergestellt:

35 kg Kobaltkreislauf-Fettsäuren

51 kg Eisen-Fettsäuren (flüssig)

50 kg C₉-Fettsäuren zur Ketonisierung, sowie grössere Mengen von Stuck- und Schmierseife aus Direktfettsäuren.

6. Entalkoholisierung von Kohlenwasserstoffgemischen (Bühner).

Die Extraktion von Alkoholen aus Kohlenwasserstoffen mittels Seifenlösung wurde bisher durch Emulsionbildung gestört. Es wurde gefunden, dass sich derartige Emulsionen leicht trennen lassen, indem man sie durch Füllkörperkolonnen leitet. Unter Zuhilfenahme dieser Massnahme konnte eine kontinuierliche Entalkoholisierung im Labormassstab in Gang gesetzt werden.

7. Olefinanalysen (Koscke).

Die im Hauptlabor ausgearbeitete Methode zur Bestimmung endständiger Doppelbindungen durch Oxydation der Olefine mittels Salpetersäure wurde auf ihre Anwendbarkeit auf Dieselolefine überprüft. Ein Tridecen, in welchem mittels Ozonisierung die Abwesenheit von endständigen Olefinen wiederholt nachgewiesen worden war, liefert bei der Oxydation mit Salpetersäure soviel Kohlendioxyd, dass ein Gehalt von 30% endständiger Doppelbindungen vorgetäuscht wurde. Hiernach ist diese Methode also nicht allgemein anwendbar.

Die Bestimmung der endständigen Doppelbindungen mittels Ozonisierung wird erschwert durch die Abhängigkeit, welche bisher von den mehr oder weniger unsicheren Bestimmungsmethoden bestand. Es wurde dagegen versucht, die Anlagerung

von Oesen selbst zur Olefinbestimmung heranzusehen, und zwar mittels der eintretenden Gewichtszunahme. Diese Arbeitsweise konnte mit Erfolg zu einer einfachen Jodzahlbestimmungsmethode entwickelt werden, so dass nunmehr die Festimmung der endständigen Doppelbindungen unabhängig von einer anderen Bestimmungsmethode geworden ist.

8. Schmierölkohlensäuren (Jacob).

Schmierölkohlensäuren wurden bisher von uns ausschliesslich durch Alkalischnelle aus Schmierölkohlalkoholen gewonnen. Es wurde nun versucht, die Gewinnung auf den Wege über die Aldehydoxydation zu vereinfachen. Diese Versuche hatten keinen Erfolg, da es weder gelang, hinreichend reine Schmierölaldehyde darzustellen noch dieselben ohne Nebenreaktion infolge Cannizzaro-scher Reaktion zu oxydieren.

Es wurde aus unseren synthetischen Fettsäuren fettsaures Aluminium hergestellt. Dieses verleiht beim Zusatz zu Spindelöl der Mischung keine fadenziehende Eigenschaft im Gegensatz zum schmierölkohlensäuren Aluminium.

9. Herstellung trocknender Öle (Hansen).

Methyläthylacrolein liess sich sowohl mit p-Toluolsulfonsäure als auch mit Salzsäure in der Wärme zu trocknenden Produkten verarbeiten. In Gegenwart von i-Propylalkohol dagegen hatte die Reaktion aus bisher ungeklärten Gründen keinen Erfolg.

Während früher aus Crotonaldehyd kein trocknendes Produkt erhalten werden konnte, ergab nunmehr die Behandlung mit Toluolsulfonsäure in Gegenwart von C₇-Alkohol einen Trocknungseffekt und in Gegenwart von C₄-Aldehyd das bisher an stärksten trocknende Öl.

Versuche, trocknende Öle durch Säurekondensation ausgehend von Butyraldehyd zu erhalten, waren bisher erfolglos.

10. Keton-Synthese (Hansen).

In anlich bekannter Reaktion wurden erstmalig unsere höheren synthetischen Fettsäuren zur Darstellung von Ketonen eingesetzt. Aus C₇, C₉ und C₁₂-Säuren wurden durch Überleiten der

904504

Dämpfe zusammen mit Essigsäure über Thorium- bzw. Mangankatalysatoren die entsprechenden Methylketone in grösserer Menge hergestellt.

11. Entschwefeln und Methanisieren von Kokereigas.

Die erste halotechnische Tankstellen-Methanisierungs-Anlage im Altemessen konnte auch während der Periodezeit störungsfrei mit bestem Erfolg weiter betrieben werden. Die ursprünglich dort eingebauten Patronenöfen wurden inzwischen durch verbesserte Schachtöfen ersetzt.

In Modellversuchen wurde festgestellt, dass die Kokereigas-Methanisierung in eisernen Röhren von 20 bzw. 30 mm ϕ ohne Schwierigkeit über 1200 Betriebsstunden gebracht werden kann.

Versuche im Methanisierungskontakt Nickel durch Eisen zu ersetzen, hatten bisher keinen praktisch verwertbaren Erfolg. Dagegen konnte mit Eisen-Nickelkatalysatoren bereits bei 250° eine quantitative Konvertierung von Wassergas erreicht werden.

Unsere Labordauerversuche zur Entschwefelung von Kokereigas mittels Kupferkatalysatoren haben jetzt eine Betriebsdauer von 5700 Stunden erreicht und erzielen dabei noch eine Reinigung bis auf 1 - 2 g organisch gebundenen Schwefel pro 100 cbm.



Hdr. Eg.