

Sekretariat Hg.	
Eingang:	12. 8. 40
Lfd. Nr.:	687
Beantw.:	

Herrn Prof. M a r t i n .

Betr.: Tätigkeitsbericht des Forschungslaboratoriums  
für den Monat Juli 1940

1.) Kohlenwasserstoff-Synthese. (Schenk)

- a) Bei der Herstellung von Eisenkatalysatoren erwiesen sich als Trägermassen Silikagel als unbrauchbar, dagegen Diatomitstaub als der Kieselgur nahezu gleichwertig.
- b) Einem Luxmasskontakt wurde im Verhältnis 1:1 aktive Bleicherde beigemischt. Die mit dieser Mischung erzielten Ausbeuten waren nur gering.
- c) Normaler Kobalt-Misch-Kontakt liess sich mit Wassergas bei gewöhnlichem Druck im geraden Durchgang nur ganz kurze Zeit fahren und wurde dann in Übereinstimmung mit früheren Erfahrungen bald inaktiv. Mit einem Kreislauf (1+0,5 bis 1+2,0) wurden dagegen schon Betriebszeiten von über 500 Std. erreicht ohne Aktivitätsabfall. Die Produkte enthielten beispielsweise 37% Schweröl mit 45 Vol.% Olefine.
- d) Anlässlich einer kürzlich veröffentlichten Arbeit von Koch wurden Kobalt-Thorium-Kontakte mit Alkalikarbenat in wechselnden Mengen imprägniert. Die Paraffinausbeute stieg zwar. Dagegen nahm die Aktivität rasch ab (drucklose Versuche).
- e) Verschiedene Versuche wurden mit Kobaltkatalysatoren bei erhöhtem Druck und mit Wassergas mit gutem Erfolg gefahren. Normaler Kobalt-Misch-Kontakt zeigte mit Wassergas nach den ersten 500 Betriebsstunden noch kein Absinken der Aktivität (10 atü, gerader Durchgang, 60% Umsatz, 35% Olefine im Schweröl). Wurde der Kreislauf erhöht (1+2 bis 1+7), so erhielt man zunehmende Mengen von olefinreichem Öl (bis zu 55 Vol.% Olefine).

Ein konzentrierter Kobaltkatalysator dagegen war erheblich empfindlicher und liess schnell in seiner Aktivität nach.

## 2.) Oxo-Synthese (Landgraf)

- a) Verschiedene Versuche liessen erkennen, dass höher molekulare Nebenprodukte der Aldehydreaktion bei der nachfolgenden Hydrierung unter Bildung einfacher Alkohole wieder aufgespalten werden können.
- b) Es wurde festgestellt, dass auch der Katalysator aus der Aldehydstufe wiederholt ohne Aktivitätseinbusse verwendet werden kann, wenn er beim Umfüllen mit genügend Sorgfalt behandelt wird.
- c) Als wichtige Betriebserfahrung wurde festgestellt, dass die Nebenreaktionen in der Aldehydstufe erst einsetzen nach beendeter Aldehydbildung (höher molekulare Produkte und Kohlenoxydbildung). Wurde daher die Wassergasszufuhr auf die für den Olefingehalt berechnete Menge beschränkt, so gelang es erstmalig, quantitative Ausbeuten an reinen Aldehyden zu erhalten.
- d) In der Berichtszeit wurden insgesamt 460 Ltr. alkoholische und 130 Ltr. aldehydische Rohprodukte hergestellt.
- e) Die neu aufgestellten Destillationseinrichtungen wurden weiterhin mit Erfolg in Betrieb genommen, nämlich die 1000 Ltr. Blase zur Aufteilung der Kohlenwasserstoffe und die 100 Ltr. Vakuumblase zur Reindarstellung der Alkohole.

## 3.) Weiterverarbeitung der Rohprodukte der Oxo-Synthese.

Herstellung von Fettsäuren (Böhner).

- a) Für die Verarbeitung grösserer Mengen Seifen wurden eine halbtechnische Trockenapparatur (Kanaltrockner) sowie eine Dreiwalzen-Pilierzmaschine aufgestellt und in Betrieb genommen. Hiermit konnten erstmalig Seifenflecken in guter Beschaffenheit hergestellt werden.

Es wurde gefunden, dass die Seifenprodukte den anhaftenden, unangenehmen Geruch verlieren, wenn man sie genügend lange

in dem Trockenschrank mit warmer Luft behandelt.

Im übrigen aber haben die zahlreichen Ansätze zur Gewinnung von brauchbaren Seifen aus den Rohaldehyden noch manche Schwierigkeit und Unsicherheit erkennen lassen. Dies gilt sowohl für die Qualität der Rohaldehyde als auch für die Wirksamkeit unserer Reinigungsmethoden. Es zeigte sich nämlich, dass aus Rohaldehyden mit grösseren Mengen von Nebenprodukten mittels der bisher angewendeten Methoden keine befriedigende Seifenqualität erzielt werden konnte. Wir vermuten, dass dies besser wird, wenn uns jetzt in Zukunft Rohaldehyde von besserer Qualität zur Verfügung gestellt werden, wie oben geschildert wurde. Im übrigen hat es sich als unumgänglich erwiesen, für alle Arbeitsgänge eine umfangreiche analytische Überwachung einzurichten, da ohne eingehende Untersuchung der verhältnismässig verwickelten Vorgänge ein klares Bild nicht gewonnen werden kann. Die wichtigsten analytischen Bestimmungen, welche nunmehr laufend angewendet werden, sind folgende:

- 1.) Siedelage
- 2.) Dichte
- 3.) Brechungsindex
- 4.) Löslichkeit in P-Schweifelsäure
- 5.) OH-Zahl
- 6.) GO-Zahl
- 7.) Neutralisationszahl
- 8.) Verseifungszahl
- 9.) PH-Wert
- 10.) Wassergehalt

- b) Vakuumdestillation hoch molekularer Alkohole (Hansen)
- Von der Firma Henkel erhielten wir Versuchsergebnisse über Vakuumdestillationen unserer hochsiedenden Alkohole, welche unbefriedigend waren. Daraufhin angestellte sorgfältige Destillationsversuche zeigten, dass die von Henkel angewendeten Destillationsbedingungen zu wenig schonend waren. Es wurde gefunden, dass für jede Molekülgrösse ein bestimmtes Mindest-Vakuum erforderlich ist und dass bei höheren Drücken

die Destillate an OH-Zahl verlieren und gleichzeitig klebtig werden und unangenehmen Geruch annehmen.

c) Herstellung kondensierter Produkte (Hansen).

Es wurde gefunden, dass für die Kondensation von Aldehyden in der Molekülgrösse etwa von  $C_7$  an aufwärts Laugenkonzentrationen von 10% KOH nicht mehr ausreichen, sondern Konzentrationen von 30 - 40% erforderlich sind.

Die bereits früher mitgeteilte neue Erkenntnis über die Abhängigkeit der Schaum- und Wascheigenschaften unserer neuen kondensierten Alkohole von der Molekülgrösse wurde weiter bestätigt.

$C_8$ -Aldehyd konnte erfolgreich mit Zinkchlorid kondensiert werden, wobei vermutlich ein Olefinaldehyd erhalten wurde.

d) Veresterung von Aldehyden und Alkoholen (Fritzsche).

Bei der Veresterung von Alkoholen mit sich selbst durch Kochen mit Eisen- oder Kobaltkatalysatoren wurden charakteristische Temperaturgrenzen erkannt. Bis zu etwa  $160 - 170^\circ$  tritt in grösserem Umfang Wasserabspaltung ein (s.B. 50% des Umsatzes), während bei höheren Temperaturen die Dehydrierung vorherrscht. Mittels eines konzentrierten Kobalt-Mangankontaktes wurde bei  $160 - 170^\circ$  sogar ausschliesslich nur Wasserabspaltung und keine Wasserstoffbildung beobachtet.

4.) Dehydrierung von Dieselöl.

Die Versuche über die Dehydrierung von Dieselölen wurden bei höheren Temperaturen fortgesetzt. Bei  $650^\circ$  wurde ein Produkt mit 24% schwefelsäurelöslichen Bestandteilen erhalten.

5.) Nass-Synthese.

Der für die Nass-Synthese benutzte Steigrohrföfen wurde zwecks Beseitigung der bei früheren Versuchen beobachteten Temperaturdifferenzen umgebaut.

Ddr. Hg. /