

Herrn Prof. M a r t i n .

Eingang:	22.7.40
Lfd. Nr.:	639
Beantw.:	/

Betr.: Tätigkeitsbericht des Forschungslaboratoriums  
für die Monate Mai und Juni 1940.

1.) Kohlenwasserstoff-Synthese

(Katalysator-Herstellung : Heckel)  
(Synthese-Durchführung : Schenk)

- a) Als Ergebnis unserer planmäßigen Versuche über die Alkalisierung von Eisen-Kontakten konnten inzwischen höchst aktive Fällungs-Katalysatoren im Dauerbetrieb mit bestem Erfolg betrieben werden, welche ohne Verwendung von Kalilauge gefällt worden waren. Ein derartiger, mit Natronlauge gefällter, und mit wenig Kalilauge imprägnierter Eisen-Katalysator gab z.B. bei gewöhnlichem Druck mit Wassergas bei 235°, nach über 400 Betriebsstunden, ohne Temperatursteigerung noch 29% Kontraktion und 114 ccm flüssiger Produkte je cbm Wassergas. Die so erzielte Aktivitätssteigerung der Eisen-Kontakte hat es ermöglicht, bei der drucklosen Prüfung der Katalysatoren mit Wassergas die Betriebstemperatur allgemein von bisher 245° um 10° auf 235° zu erniedrigen.
- b) Die halbtechnische Herstellung von Eisen-Fällungs-Katalysatoren bereitet z.Zt. noch gewisse Schwierigkeiten, in so fern es noch nicht gelungen ist, die hohe Aktivität der im Labor hergestellten Eisen-Fällungs-Katalysatoren zu erreichen (im Mittel 110 gegen 140 g Ausbeute). Versuche über die Aufklärung dieser Verhältnisse, und Überwindung der Störungen sind im Gange. Es wurde bereits gefunden, dass die Auswaschung einen erheblichen Einfluss hat, derart, dass ungenügende Auswaschung geringe Aktivität, und zu hohe Auswaschung höhere Vergasung zur Folge hat.
- c) Es wurden systematische Versuche über den Einfluss der Druckhöhe bei Verwendung der neuen Eisen-Katalysatoren ausgeführt. Unterhalb von 5 Atü ist die Kohlensäurebildung ungewöhnlich gross und die Verflüssigung entsprechend gering. Bei 8 - 10 Atü erreicht die Kohlensäure-Bildung normale Werte. Zwischen 10 - 20 Atü bleibt der Reaktionsverlauf annähernd gleich und von Druckschwankungen nur wenig beeinflusst.

fließt. Mit zunehmendem Druck nahm der Paraffin-Anteil in den flüssigen Produkten zu, sowie desgleichen die Gesamtergebnisse. Das Gesamtergebnis ist also im wesentlichen das gleiche, wie es bereits für Kobalt-Katalysatoren bekannt war.

- d) Es gelang neuerdings, sehr aktive Eisenkatalysatoren herzustellen für durch PHllen mit Ammoniak und nachträgliches Imprägnieren mit Kalilauge.
- e) Mischungen von Luxmasse-Kontakten mit aktiver Bleicherde ergaben im Gegensatz zu reinen Luxmasse-Kontakten zwar eine geringe Ausbeute, jedoch einen vermehrten Schweröl-Anteil.

2.) Oxo-Synthese (Landgraf)

- a) Platin als Katalysator brachte bisher keinen merklichen Erfolg.
- b) Dipenten nahm in noch nicht geklärten Reaktion Kohlenoxyd und Wasserstoff auf, unter Bildung von einem Produkt mit einer C-H-Zahl von 55.

Isobutylen lagerte unter normalen Bedingungen Kohlenoxyd und Wasserstoff an, bildete jedoch nur dasjenige Produkt, welches durch Anlagerung des Kohlenoxyds an ein entsprechendes Kohlenstoffatom entsteht.

- c) Aus Crack-Schwerbenzin wurde durch Anlagerung von Wassergas und Überführung in die Kalkseife Bohröl hergestellt.
- d) Nach dem heutigen Stand der Versuche beträgt die minimale <sup>Prozent</sup> ~~Anteilmenge~~ rund 5 g Kobalt pro kg Einsatz. Danach wurden im Bereich der Molekülgrößen  $C_{12}$  bis  $C_{16}$  Ausbeuten von im Mittel 95% d.Th. an Alkoholen gewonnen.
- e) Aus Primärölefinen von Eisen-Katalysatoren wurden Alkohole  $C_{10}$  bis  $C_{16}$  hergestellt. Ihre Brechungszahlen und Dichtenangaben liegen etwas niedriger als diejenigen der betreffenden Cracköl-Alkohole (grössere Verzweigung?).
- f) In der halbtechnischen Anlage wurden insgesamt rund 200 l Rohalkohole sowie rund 100 l Rohaldehyde hergestellt.
- g) Der Ausbau der halbtechnischen Anlage zur Erzielung einer grösseren Produktion konnte infolge der Zeitumstände nur

langsam vorwärts getrieben werden. Es wurden aufgestellt:  
2 Steigrohrflößen von technischer Größe  
1 halbtechnische Vakuum-Destillations-Einrichtung  
3 Kompressoren  
1 Vakuum-Pumpe  
1 Destillations-Einrichtung mit 1000 l Blase und 3 m Kolonnen  
Letztere wurde bereits mit Erfolg in Betrieb genommen.

3.) Weiterverarbeitung der Rohprodukte und Oxo-Synthese.

a) Herstellung von Fettsäuren (Böhner)

Die Oxydation von Aldehyden zwecks Gewinnung von Fettsäuren bzw. Seifen wurde so weit entwickelt, dass erstmalig grössere Mengen von Seifenproben hergestellt werden konnten. Für die Abtrennung des Neutralöls wurde ein neuer Weg ausgearbeitet, wobei die Trennung durch Zufügen von Alkohol und Aussalzen mittels Kochsalz bewirkt wird. Diese Arbeitsweise konnte bereits in halbtechnischen Umfang ausgeführt werden.

Schwierigkeiten bereitete die Herstellung genügend reiner Produkte. Es wurde gefunden, dass die schlechten Eigenschaften hinsichtlich Geruch und physikalischer Beschaffenheit, herrührend von den anhaftenden Nebenprodukten, sowie dass diese sich durch Nachbehandlung der fettsaurer Salze mittels Aceton abtrennen lassen.

Ferner wurde gefunden, dass zwecks Erzielung farbloser Produkte sorgfältig auf die Fernhaltung von Eisen bei der Verarbeitung geachtet werden muss.

Aus unserer halbtechnischen Erzeugung wurde erstmalig Seifenpulver abgegeben.

Für die Überwachung der verschiedenen Arbeitsgänge wurden neue analytische Bestimmungsmethoden ausgearbeitet und eingeführt.

b) Herstellung kondensierter Aldehyde und Alkohole (Hansen)

Nachdem der Versuch, unsere Aldolalkohole durch Sulfonierung bei Dritten (Goldschmidt) beurteilen zu lassen, zu keinem für uns brauchbaren Ergebnis geführt hatte, haben wir selbst die Sulfonierung unserer synthetischen Alkohol

in Angriff genommen. Da eine klare Arbeitsvorschrift weder von Goldschmidt noch aus der Literatur zu erhalten war, wurden zunächst systematische Versuche über die günstigste Sulfonierungs-Methode durchgeführt, und schliesslich eine sehr brauchbare Arbeitsweise unter Anwendung von Chlorsulfon-Säure gefunden.

Sodann wurden Alkohole, welche von auf die verschiedenste Weise gewonnenen Aldol-Kondensaten hergestellt waren sulfoniert, und auf die Eigenschaften der Sulfonate hin geprüft.

Auf diese Weise konnten wir neuartige Sulfonate herstellen. Dabei scheint aber die Molekülgrösse für optimale Waschwirkung eine andere zu sein als nach der Struktur der Alkohole auf Grund der bisher in Fachkreisen herrschenden Meinung angenommen werden musste. So erhielten wir z.B. aus Hepäten durch Anlagerung von Wassergas, Kondensation mit verdünnter Kalilauge, Hydrierten und anschliessenden Sulfonieren ein Sulfonat von hervorragender Schaukraft und Waschwirkung.

Ein Aldolalkohol wurde von ~~W~~elde auf seine Eigenschaften als Schmiermittel untersucht, und bewährte sich dabei im Bereich der tiefen Temperaturen sehr gut.

c) Veresterung von Aldehyden und Alkoholen (Fritzsche):

Durch Nachbehandlung von Aldehyden und Alkoholen mit Kobalt oder Eisen-Katalysatoren bei höheren Temperaturen, gewöhnlichem Druck, wurden höher molkulare Produkte, im wesentlichen Ester, unter den verschiedensten Bedingungen hergestellt. Die Versuche konnten noch nicht zu einem Abschluss geführt werden, da sie als Dauerversuche stark unter den nächtlichen Störungen zu leiden hatten.

4.) Dehydrierung von Dieselöl (Fritzsche, Hanisch):

Sowohl im Labor-Massstabe als auch im halbertechnischen Massstabe wurde versucht, Dieselöl durch Behandeln mit Katalysatoren (z.B. Kobalt und Eisen), bei höheren Temperaturen, und in Gegenwart verschiedener Gase ( Kohlenoxyd, Kohlendioxyd, Stickstoff) zu dehydrieren. In keinem Fall gelang bisher eine nennenswerte Erhöhung des Olefingehaltes.

5.) Nass-Synthese (Hanisch):

Nach mehreren Vorversuchen konnte die Nass-Synthese erstmalig mit Eisen-Katalysator verwirklicht werden, und zwar mit ungefähr normalem Synthese-Verlauf. Der Reaktions-Verlauf wurde durch Temperatur Differenzen im Ofen beeinträchtigt. Die Versuche wurden dann wegen Personal- und Platzmangels einstweilen abgebrochen.

Ddr: Hg,

