

*fc*  
Oberh.-Holtten, den 23. Mai 1940  
Abtlg. FL Roe/Hdm.-

005579

Herrn Prof. Martin.

Sekretariat I/g.	
Eingang:	24. 5. 40
Lfd. Nr.:	164
Beantw.:	✓

Betr.: Tätigkeitsbericht des Forschungslaboratoriums  
für den Monat April 1940.

1.) Katorchemie (Heckel).

- a) Unsere planmässigen Versuche erweitern unsere Kenntnis der Alkalisierung von Eisenkontakten ständig. Während bisher erst bei der Alkalisierung mit Kaliumhydroxyd die optimalen Werte mehr zufällig gefunden worden waren, haben wir nunmehr durch umfassende Versuche des Optimum der Konzentration und pH-Kurven so ermittelt, dass wir die günstigste Alkalisierung beliebig reproduzieren können. Ein weiteres Ergebnis unserer zunehmenden Kenntnis der Alkalisierung ist, dass es uns gelungen ist, nunmehr auch statt der teuren Kalilauge die Fällung mit Natronlauge und sogar mit Soda durchführen zu können. Hierin ist ein wichtiger Fortschritt zu erblicken, da wir nunmehr die teure Kalilauge nur noch für die entscheidende Endalkalisierung benutzen.
- b) In der Katorfabrik wurde erstmalig eine Menge von 250 l Eisenkontakt im grossen reduziert. Diese Masse wurde der DVA zur Fällung des Ofens 11 zur Verfügung gestellt und hat sich dort gut bewährt.

2.) Mitteldruck-Synthese (Schenk).

a) Fällungskontakte.

Mit unseren neuesten Fällungskontakten wurden bisher optimale Wirkungen an Umsatz, Ausbeute und Paraffinanteil erzielt (über 140 g bei einmaligem Durchgang über 60 % Paraffin). Der hohe Grad der inzwischen erreichten Leistungsfähigkeit dieser Art von Kontakten ist daran zu erkennen, dass die Arbeitstemperatur bis auf 225 bis 235°

gesenkt werden konnte, wobei das Gas voll umgesetzt wird.

b) Aufgeschlämmungskontakte.

Kontakte aus aufgeschlämmter Luxmasse erreichen einstweilen nicht die hohe Wirksamkeit der Fällungskontakte, sind aber billiger in der Herstellung.

- c) Normale Feinreinigermasse wurde als Katalysator unter normalen Synthese-Bedingungen bei gewöhnlichem und bei erhöhtem Druck benutzt. Der Reaktionsbeginn lag in beiden Fällen bei 235°. Bei 250° wurde 10 - 12 % Kontraktion erreicht. Die Produkte waren vorwiegend leicht siedend und hoch olefinisch.

3.) Oxo-Synthese (Landgraf).

- a) Erneute Versuche mit Eisenkatalysatoren erbrachten einstweilen keine weiteren Fortschritte.

- b) An Äthylendichlorid konnte kein Wassergas angelagert werden, weil der Kobalt-Katalysator vom Chlor angegriffen wurde.

Aus Isocokten wurde in glatter Reaktion Isononylalkohol erhalten. Die weitere Reaktion zum Isononan konnte noch nicht quantitativ verwirklicht werden.

Es ist uns seit langem bekannt, dass man den für die Aldehyd- und Alkohol-Synthese benutzten Kobaltkatalysator wiederholt benutzen kann. Über die Dauer der Wiederbenutzbarkeit wurde eine neue Versuchsserie ausgeführt. Nach neunmaliger Benutzung ein und desselben Katalysators warf noch keine Ermüdungserscheinungen beobachtet.

Vom Katalysator durch Filtrieren befreiter Rohaldehyd lässt sich mittels Wasserstoff hydrieren. Das dabei ausfallende metallische Kobalt ist als Katalysator für die Alkoholsynthese geeignet.

Man kann kobalthaltigen Rohaldehyd mittels Kohlensäure und Wasser unter Druck bei 40° entkobalten.

- c) Für die Herstellung von Aldolen und Fettsäuren wurden präparativ grosse Mengen von Aldehyden  $C_4 - C_{17}$  hergestellt u.a. 100 Liter  $C_{13} - C_{17}$  Aldehyd.

d) Herstellung von Alkoholen (Hanisch).

Der neue Steigrohrföfen hat sich als ausserordentlich geeignet erwiesen. Die Alkohol-Synthese ist jetzt so einfach, dass <sup>sie</sup> bereits jetzt von ungelerten Arbeitern nach kurzer Zeit sicher bedient werden kann. Ingesamt wurden rund 350 Liter Rohalkohole im Monat April hergestellt. Ein Teil dieser Alkohole wurde durch Destillation rein gewonnen.

Die Reaktionsrichtung wird immer besser beherrscht, so dass wir die Nebenprodukte nahezu vollständig unterdrücken können. Dadurch wurden bereits Ausbeuten von 101 % an Alkohol, bezogen auf das eingesetzte Olefin, erreicht (theoretisch 114 %).

Wichtige Betriebserfahrungen wurden hinsichtlich der Aufdestillation der Alkohole gesammelt.

4.) Weiterverarbeitung der Rohprodukte der Oxo-Synthese.

a) Entmetallisieren von Rohaldehyden (Büchner, Fritzsche).

Es wurde eine allgemein gültige Arbeitsweise ausgearbeitet, um Aldehyde jeder Siedelage mit den verschiedensten anorganischen und organischen Mitteln zu entmetallisieren, ohne dass sich dabei die Aldehyde verändern.

b) Herstellung von Fettsäuren (Büchner).

Die alkalische Oxydation der Aldehyde zu Seifen wurde weiter mit Erfolg bearbeitet. Wichtige Erkenntnisse über die Trennung der Rohprodukte wurden gewonnen.

c) Aldolkondensation (Hansen).

Es wurden erstmalig grössere Mengen von Aldol-Alkohole der Firma Goldschmidt zu Sulfonierungswecke zur Verfügung gestellt. Es wurden daraus erstmalig Sulfonate gewonnen, welche für Waschmittelswecke verwendet werden

können. Die Qualität befriedigt noch nicht, da ein Teil des Aldolkondensates sich offenbar der Sulfonierung entzieht. Versuche darüber sind im Gange.

d) Herstellung von Acetalen (Hansen).

Von der grossen Zahl der durch die Oxo-Synthese zugänglich gewordenen Acetalen wurden einige hergestellt. Die Herstellung gelang glatt. Das Acetal aus Butyraldehyd und Methanol hatte die Oktanzahl 60, dasjenige aus  $C_7$ -Aldehyd die Oktanzahl 0.

e) Abtrennung der Metallverbindungen aus den Rohaldehyden (Britasche).

Versuche, die in den Rohaldehyden enthaltenen, im einzelnen noch unbekanntes, Metallverbindungen zu isolieren und zu identifizieren gelang bisher noch nicht vollständig. Es gelang wohl metallhaltige organische Produkte abzutrennen, die sich aber unter dem Einfluss der Luft ausserordentlich leicht in fettsaures Kobalt umwandeln.

5.) Analytische Arbeiten (Büchner).

- a) Kieselgur-Glühversuche bestätigten, dass der Aluminiumgehalt nach Glühen bei  $900^{\circ}$  und der Eisenge- und Schwefelsäuregehalt nach Glühen bei  $1000^{\circ}$  tiefste Werte erreicht.
- b) Es wurde bestätigt, dass bei der Fällung von aluminium- und kalciumhaltigen Eisenkatalysatoren bei einem pH-Wert von 9,2 Aluminium teilweise im Filtrat und Waschwasser, Kalcium jedoch vollständig im Niederschlag bleibt. Bei einem pH-Wert von 7 dagegen befindet sich das Kalcium im Filtrat, während Aluminium darin nicht nachweisbar ist.

Ddr.: Hg.

ges. Roelen