

Kerrn

Dir Krauch
Durchpausen an.
Dir. Schneider Louna
" Bietefisch "
" Grimm Op.
" Pier Lu
Dr. Fr. Winkler Op.

Osnabrück 25.11.35
Stern

Untersuchung über Wassergasdrucköle.

Es sind in Tafel I die Zusammensetzung einer Reihe aus $\text{CO} + \text{H}_2$ unter Druck mit verschiedenen Kontakten und unter verschiedenen Bedingungen ge-

7 * Müller-Car. wohnen Öle einander gegenübergestellt. Die Methoden nach denen diese
" Link-Duffelm.
" Herold. Me möglichst vollständigen Analysenwerte erhalten wurden, sind als Beilagen
" Gießen "
" Klinger Op. zugegeben. Die drei mittleren Säulen zeigen die Drucköle. Die einzelnen
" Wietzel "
Bestandteile sind durch verschiedene Schraffierung von einander unterschieden.
4/12/36 Die zweite Säule zeigt als Hauptbestandteil Acetaldehyd, daneben Aceton,
St. aldehyd und Aceton, sehr wenig höhere C-Verbindungen. Die dritte zeigt viele höhere
K.V., besonders Säuren und Alkohole, beide verästert und frei. An Säuren, deren Reihe sich bis über C_{10} hinaus bestimmen ließ, treten nur die geradkettigen in bestimmbarer Menge auf. Sowohl bei diesen wie auch bei den Alkoholen über C_4 sind verzweigte C-Ketten nicht festgestellt. Sekundäre Alkohole wurden hier nicht festgestellt. Dafür wurde hier - und das scheint für diesen Kontakt kennzeichnend - tert. Butylalkohol als Ester ^{gefunden}. Das auch nur in diesem Öl in etwas größerer Menge gefundene Isobutylen ist wohl aus dem Zerfall von Ester in freie Säure und Olefin entstanden. Das in der vierten Säule dargestellte Öl ist wieder weniger mannigfaltig zusammengesetzt. Es enthält keine freien Säuren, nur als Ester gebundene - gegen freie Alkohole, auch hier tritt nur die gerade Kette bei beiden Verbindungen auf. Sekundärer Alkohol ist in geringer Menge als Isopropylalkohol nachzuweisen. Überwiegend treten hier die Olefine hervor. Auch hier

Beilage
58

überwiegen über C_6 die gradkettigen. Bei C_5 tritt, kennzeichnend für die's Öl, Trimethyläthylen vor den andern Isocetenen auf, während Trimethyläthylen nur wenig und Isobutylen nur in ganz geringen Mengen gefunden wird.

Ein fünftes Wassergasdrucköl: das Isobutylöl von Leuna ist hier noch nicht aufgeführt, seine Untersuchung ist mit der zwischen Methanol und dem Isobutylalkohol liegenden Fraktion, dem Isobutylvorlauföl, begonnen. Aus den bisherigen Ergebnissen ersieht man, daß darin in den andern Ölen nicht vorhandene Verbindungen: Isobutyron $- \text{CH}_2 - \text{CH}(\text{CH}_3) - \text{CO} -$ und Olefine, die neben einem quaternären C am benachbarten C eine // besitzen, in größerer Menge vorhanden sind. Vermutlich eines oder beide Diisobutylene. Als Grenzweite dieser Wassergasöle ist als einfachstes Drucköl das Methanol und, als drucklos gewonnenes, Öl ein sehr weitgehend gesättigtes Öl wiedergegeben, das im Ammonlabor analog dem Synthol von Fr. Fischer gewonnen wurde. Das technisch gewonnene Synthol unterscheidet sich von diesem wesentlich durch die viel höher siedenden Anteile, beim techn. Synthol siedet ein merklicher Anteil über 200° während dies fast ganz bis 100° übergeht.

Diese Übersicht über die Drucköle zeigt außer dem an zweiter Stelle stehenden Öl, das ganz überwiegend Methanol enthält, stets Gemische sehr verschiedenartiger Zusammensetzung. Der Wunsch vorwiegend Isobutylen, Tertiärbutylalkohol, oder Isobutylalkohol als Ausgangstoff für Flugöl mit hoher Oktanzahl und unabhängiger Rohstoffgrundlage zu erhalten, ist auf diesem Wege, soweit

25. 11. 36

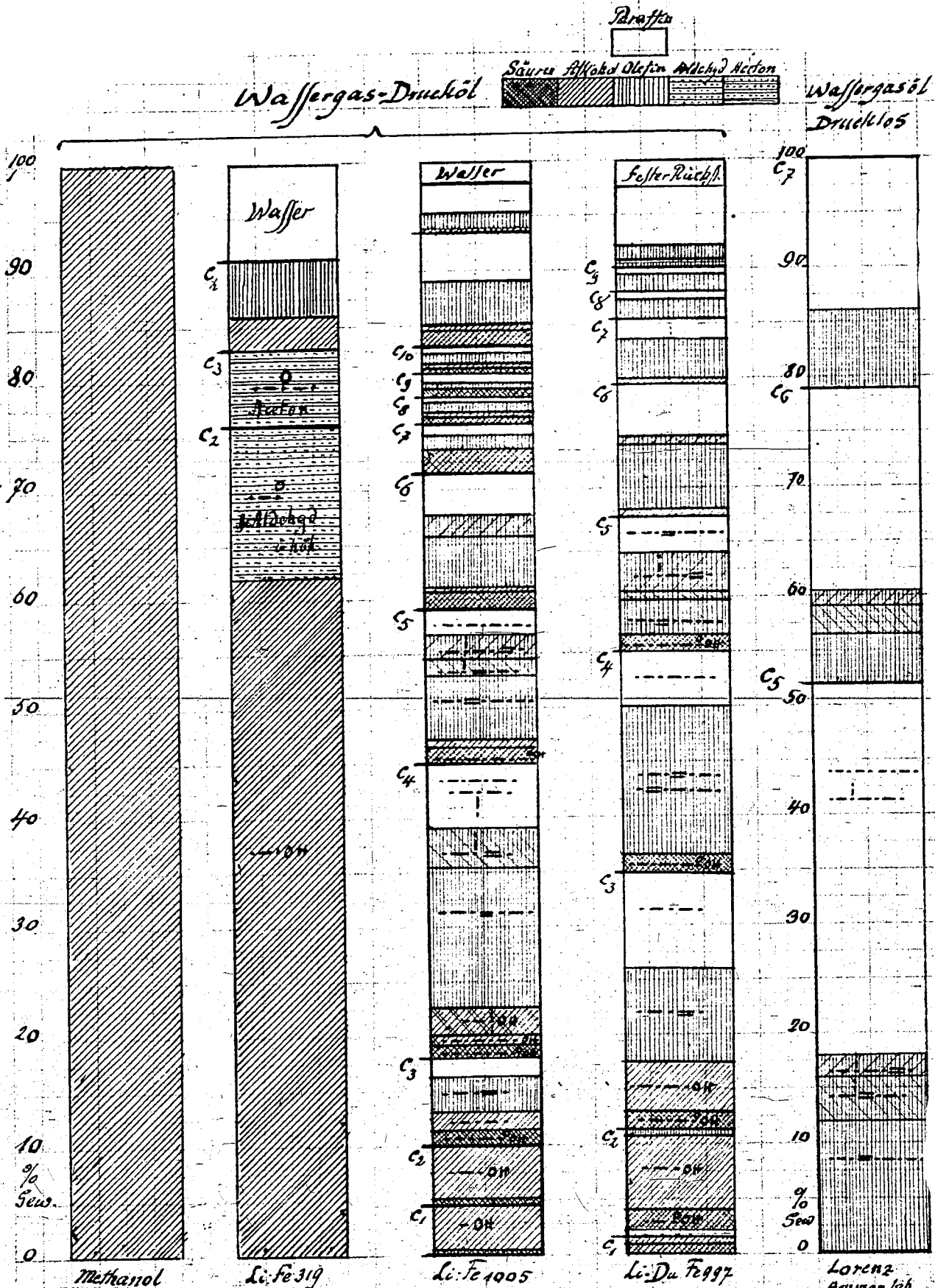
Stern.

benzin 30%) verhält es sich etwas ungünstiger. Ganz besonders überlegen ist dem Isopropyläther und dem Isopentan" in seiner Rohstoffbasis! Siehe Tafel II
Man geht von Aceton (Äthylalkohol, Essigsäure) aus. Man ist dadurch in der Wahl des Standorts seiner Herstellung weitgehend auch von Kohlelagern unabhängig, da Holz und Gärungsalkohol Ausgangsstoffe sein können.

Sein Zwischenprodukt, das Pinakon ist im Weltkrieg im Großen aus Ausgangsstoff für den Methylkautschuk hergestellt worden. Durch H_2O -Abspaltung bei Sauerstoff von Säure erhält man aus Pinakon Pinakolin. Beide werden z. Z. noch in Leokerufen in kleinen Mengen gewonnen. Wir wollen mit dem dort hergestellten Material die Prüfungsversuche mit größeren Mengen wiederholen.

Die zweite hier noch neu als Antiklopfmittel gefundene Verbindung, deren Bleimyständigkeit aber gering ist: Methyltertiäramyläther kann Bedeutung gewinnen, wenn es sich darum handelt Amylen oder Amylalkohol, der anfällt, im Benzin zu veresteren.

Stern



Zusammenstellung aller untersuchter Wassergasdrucköle

Zum Bericht v. 25.11.36

Stern

Vertraulich!

Konstitution und Oktanzahl
von KW u. Ohaltigen KW

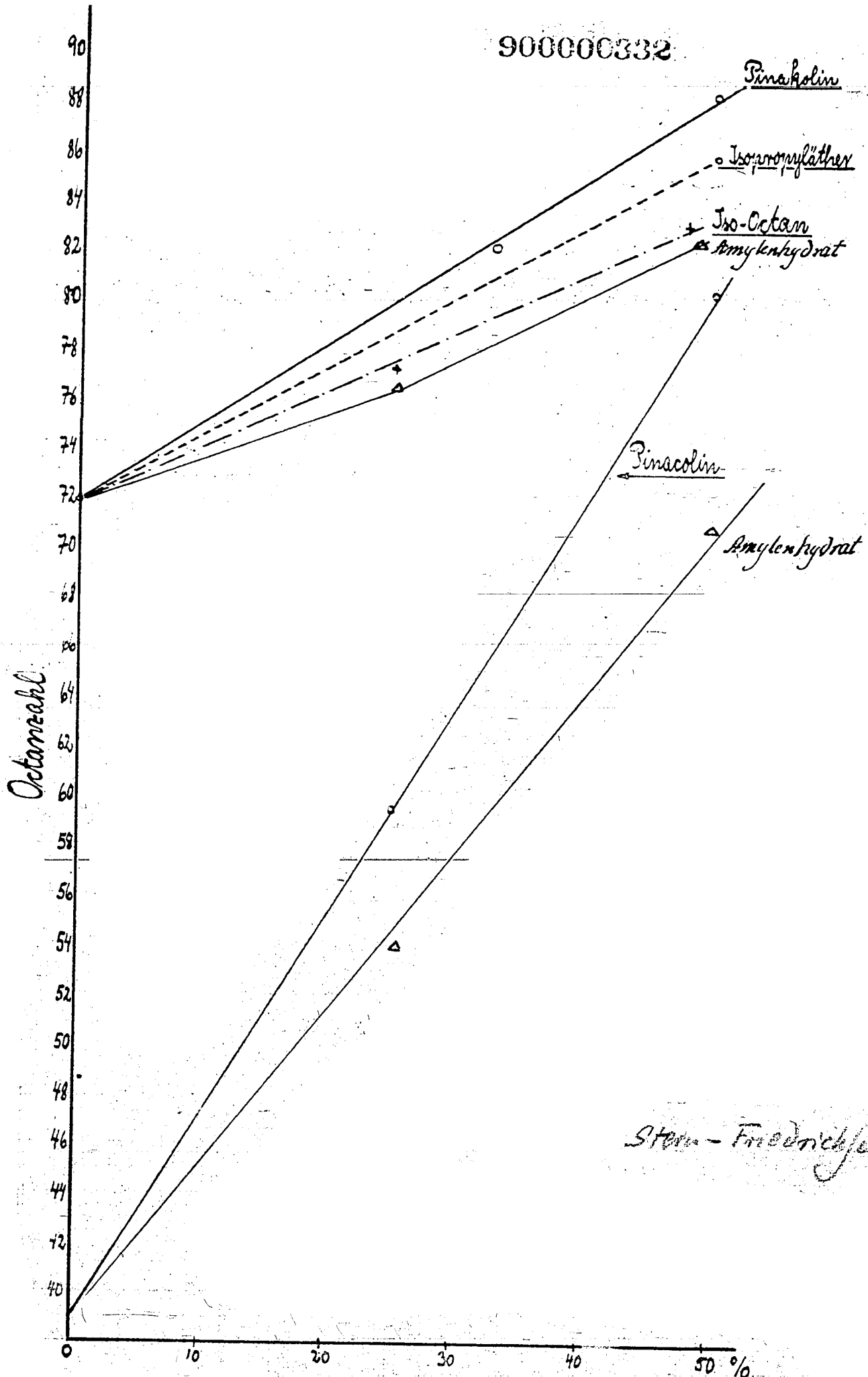
C ₂	C ₃	C ₄	C ₅				
<p>Ethylalkohol</p> <p><chem>CCO</chem></p> <p>Katalytisch</p> <p>+ CO₂</p> <p>+ H₂ Elektrolytisch</p> <p>- H₂O Isomer</p>	<p>Propylen</p> <p><chem>CC=C</chem></p> <p>+ H₂O</p> <p>- H₂O</p>	<p>Isobutylalkohol</p> <p><chem>CC(C)CO</chem></p> <p>Ischn. Isobutylen</p> <p><chem>CC(C)=C</chem></p> <p>n-Butylene</p> <p><chem>CCCC</chem></p> <p>Kat.</p> <p>+ H₂O</p> <p>- H₂O</p>	<p>Amulungsmisch</p> <p>Kat.</p> <p>+ H₂O Kat.</p> <p>Amulhydrat</p> <p>+ OH</p> <p>- H₂O</p>				
<p>Pinakolin</p> <p><chem>CC(C)C(C)C</chem></p>	<p>Tetramethylathan</p> <p><chem>CC(C)(C)C</chem></p>	<p>Diisopropylathan</p> <p><chem>CC(C)CC(C)C</chem></p>	<p>2,2,4 Trimethylpentan (Isoktan)</p> <p><chem>CC(C)C(C)CC</chem></p>	<p>2,2,3 Trimethylpentan</p> <p><chem>CC(C)C(C)C(C)C</chem></p>	<p>3,4 Dimethylhexan</p> <p><chem>CC(C)CC(C)CC</chem></p>	<p>sec. Dibutylathan</p> <p><chem>CC(C)CC(C)CC</chem></p>	<p>tert. Amyl(methyl) ether</p> <p><chem>CC(C)CC(C)OC</chem></p>
<p>D₂₀ → 793</p> <p>Smp -51.5</p> <p>T_{sp} +105</p> <p>Oktan. rein 111</p> <p>30% Gasmischg. + -79</p> <p>Oktan zahl 122</p> <p>Pkwert 1) 33%</p> <p>Volument. nahere d. H₂O bei 20: 80 +.05</p> <p>H₂O aufnehm. bei 20°C } -170 2)</p> <p>H₂O abgabe bei -30°C } -111</p> <p>O. Bombent. wie Stansso</p> <p>Calschale 0</p>	<p>725</p> <p>-51.0</p> <p>+68</p> <p>97</p> <p>4-65</p> <p>100</p> <p>43%</p> <p>+ .42</p> <p>.090 3)</p> <p>.034</p>	<p>.691</p> <p>-72</p> <p>+100</p> <p>100</p> <p>+8%</p> <p>0</p> <p>0</p> <p>0</p>	<p>.691</p> <p>77 .812</p> <p>-12</p> <p>+85 +102</p> <p>103</p> <p>26% H₂O</p> <p>124 86/100</p> <p>48%</p> <p>+0.02</p> <p>.075</p> <p>.025</p>				
<p>124</p> <p>2,2,3,3 Tetramethylbutan</p>	<p>42</p> <p>Dimethyl- butyläthyl</p>	<p>101</p> <p>2,2 Dimethyl butan</p>	<p>80</p> <p>2,4 Dimethyl butan</p>	<p>103</p> <p>Isobutyron</p>	<p>69</p> <p>2,5 Dimethyl hexan</p>		

zu Ber. 25.11.36

Stern

900000332

7



Storck-Friedrichs

Stancoo-Flugbenzin mit Zusatz von Motor-meth. Zusammensetzung
 unter Deleo-Meth. nach Ergebnissen
 des techn. Prüfstandes
 Storck.

I. G. FARBENINDUSTRIE AKTIENGESELLSCHAFT LUDWIGSHAFEN A. RH
Stickstoff-Abteilung

Untersuchungsmethoden

Das Drucköl von 1005 wurde zuerst untersucht und hierüber schon im Bericht vom 3. 12. 35 ein Teil der Ergebnisse und die angewandten Methoden angegeben. Es enthält, sowohl freie Säuren und Alkohole als auch Ester. Die Säuren, Alkohole und Ester wurden zusammen verestert und dann von einander getrennt. Das Drucköl von 997 wurde erst fraktioniert. Die kleineren Zwischenfraktionen zu den Hauptfraktionen geschlagen, in diesen Fraktionen für sich jeweils die freien Alkohole durch Erhitzen mit einem kleinen Überschuß an Phthaläureanhydrit, entweder 6 h Kochen am Rückflußkühler oder bei etwa 120° im eingelehmtem Rohr, in die Esterform übergeführt. Die bis 150° leicht übergehenden Fraktionen wurden durch Destillation von den Phthaläureestern getrennt. Die höher siedenden Fraktionen wurden, um eine Zersetzung der entstandenen Ester zu vermeiden, bei kleinen Mengen durch Diazomethan in die gemischten Ester der Phthaläure übergeführt, die sich unzerlegt destillieren und so auch bei hohen Fraktionen leicht durch Fraktionieren trennen lassen, bei größeren Mengen (mehr als 10g) durch Ca-Metall in die Ca-Salze der Phthaläureester umgewandelt. Die Ca-Salze sollen hierbei fest ausfallen und werden nach dem Abfiltrieren und Nachwaschen mit Äther mit Wasser zerlegt und die Alkohole für sich gewonnen. Die gemischten Methyl Ester werden mit NaOH zerlegt und die mit Methanol gemischten Alkohole gewonnen. Bei der Diazomethan-Methode läßt sich vorhandenes Methanol natürlich nicht bestimmen, wir haben daher im weiteren Verlauf der Untersuchung die Ca-Methode vorgezogen. Nach Abtrennung der freien Alkohole wurden die Ester, die nun noch im Öl vorhanden waren mit NaOH verestert und die Lauge mit Pentan vom Öl befreit. Die Lauge angesäuert und die Säuren ausgeäthert. Der Pentanteil

Bilanz
Nr. 7
zu
4/12/36
Jk.

I. G. FARBENINDUSTRIE AKTIENGESELLSCHAFT LUDWIGSHAFEN A. RH.

Stickstoff-Abteilung

enthält nun neben Olefin und Paraffin die Esteralkohole als freie Alkohole, diese werden wie vorher bestimmt. Nun wurden die erhaltenen Olefin und Paraffinfraktionen, die von 100° aufwärts siedeten vereinigt und nochmals fraktioniert. In den nun erhaltenen Fraktionen wurden die Olefine durch Sättigen bei -80° mit HBr -gas und sich langsam erwärmen lassen in die Bromide übergeführt und durch Fraktionieren von den Paraffinen getrennt. Die Fraktionen unter 80° wurden nach der früher (20.2.35) beschriebenen V-Rohr Methode untersucht. Unsere Untersuchung mit dieser Methode; erst $4,5n$ HBr und Waschen mit H_2O , dann $8n$ HBr , Abdestillieren des Paraffins, Waschen mit H_2O und Bestimmen des zerfällbaren Br , haben ergeben, daß von den Heptenen an aufwärts die Br -Anlagerung mit $4,5n$ HBr nicht mehr vollständig genug verläuft. Man muß gleich $8n$ HBr oder gasförmige verwenden. Man findet daher die Isobutylengruppe und die Isopropyläthylengruppe zusammen. Die Umlagerung des Tertiärbutyläthylens und die Zersetzung des daraus entstehenden tert. Alkohols in Olefin und H_2O bei Zimmertemperatur bleiben bei den Oxylenen noch erhalten. Dies ist für die Auffindung des Diisobutylens in Fraktionen wichtig, von den Heptenen an aufwärts ist es, da die Siedepunkte der Bromide näher an die der Paraffine herandrücken, auch zweckmäßig zur Trennung einen Fraktionsaufsatz zu verwenden.

Die Identifizierung: (vergl. den Bericht v. 3.12.35)

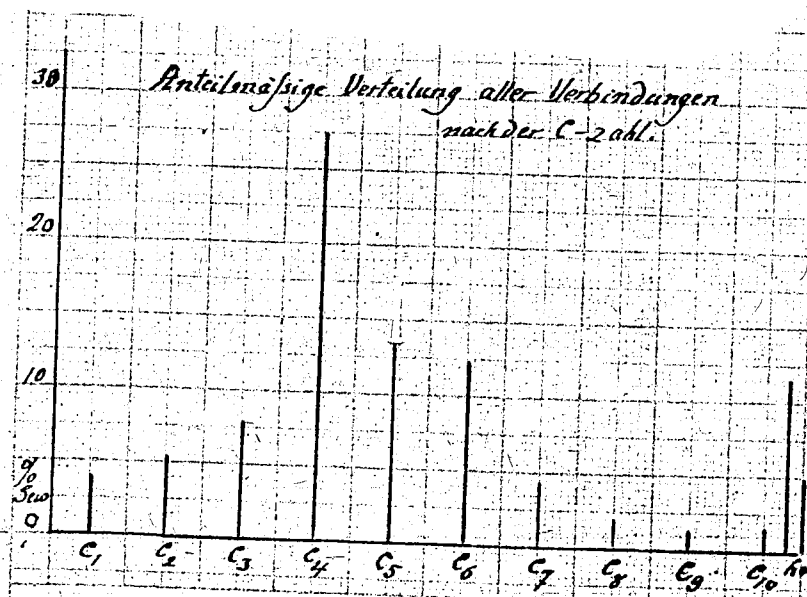
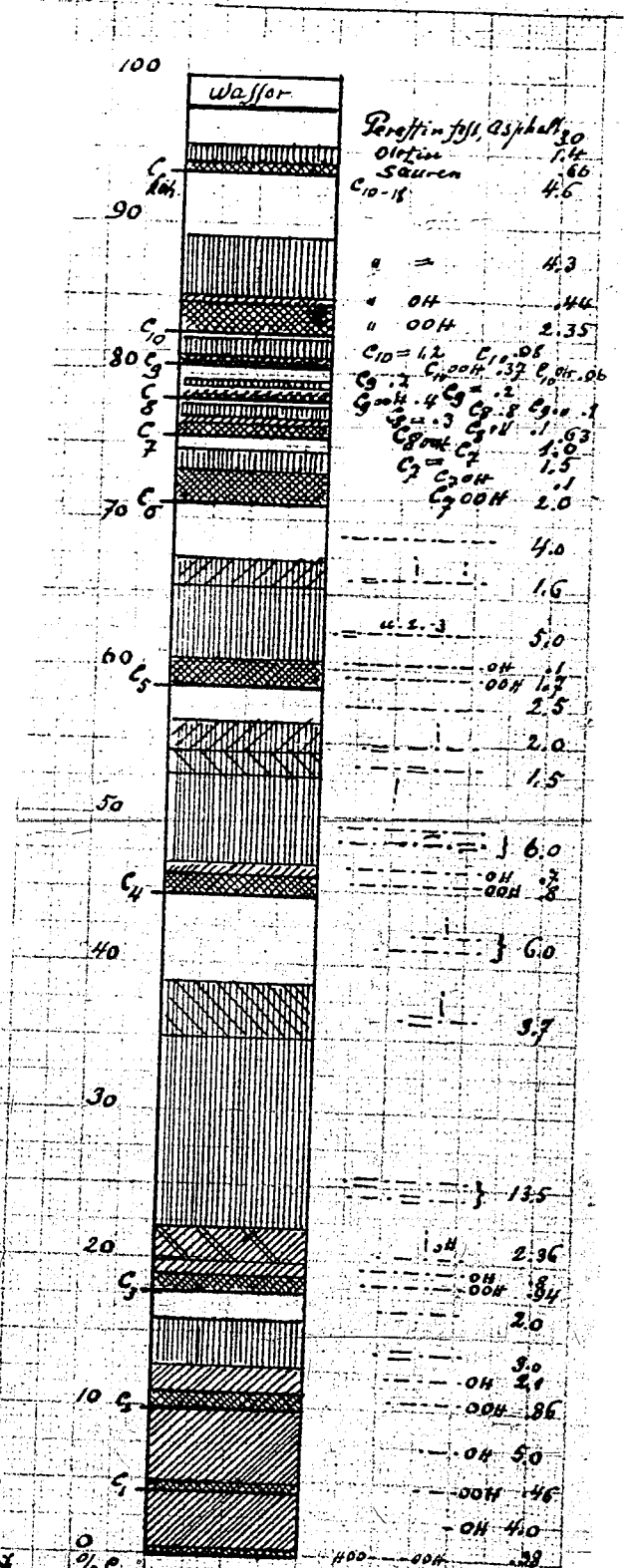
Alkohole: die niederen bis C_5 Trennung nach den hierfür bekannten Methoden und Kennzeichnung durch die α -Naphthylisocyanate. Zur Feststellung des prim-n-Hexylalkohol benutzten wir den Vergleich der Raman-Spektren von synthetisch hergestellten

und dem mit Kontakt Fe 997 erhalten Produkt. Diese für kleine Mengen von Dr. Timm bei Dr. Hochheim auf Anregung von Dr. F. Winkler ausgearbeitete Methode ermöglichte es auch festzustellen, daß keine anderen insbesondere Johexylalkohole vorhanden waren.

Säuren: Die niederen bis C₆ durch Fraktionen der freien Säuren getrennt, als Ag-Salze identifiziert und analysiert. Kein Hinweis auf Jo-Säuren. Die höheren als Methyl ester (Diazomethan) fraktioniert und analysiert.

Olefine: Bis zu den Heptenen Trennung durch V-Rohranalyse und Elementaranalyse der erhaltenen Bromide. Die höheren: Trennung von Olefin und Paraffin mit HBr und Fraktionieren und Analyse der Bromide. Hier lassen sich die Bestimmungsmethoden voraussichtlich durch Raman-Spektrenaufnahmen noch weiter vervollständigen, wenn eine genügend große Anzahl synthetisch hergestellter Verbindungen in ihren Spektren bekannt sind. Bromide sind hierfür nicht geeignet, sie zerfallen im Licht und lassen dann durch ein kontinuierliches Spektrum die Raman-Linien aus. Acetate eignen sich besser für diesen Zweck.

Übersicht der Zusammensetzung von Wassergasdrucköl Li
Fe-Kontakt 1005



Wassergasdrucköl Li

Analyse der Säuren (freie und veresterte zusammen bestimmt) aus Öl über 100 °C

I Als freie Säuren fraktioniert, als Ag-salz analysiert.

≈ 38,5% - 225
+ 9.0 = üb. "

Säurefrakt.	% C	% Ag	
9	19.9	58.4	theor. C ₃ Propionsäure
-125	6.3	21.05	46% C ₄ berechnet aus C-gehalt
-144	9.8	21.31	46. "
-155	5.7	22.3	50. "
		24.6	theor. C ₄ Butteräure

II Als Methyl ester fraktioniert u. analysiert.

Esterfrakt.	% C	% O	Molgew.	
- 84	.34	-	-	
- 95	4.65	63.08	24.6	82 als C ₃ berechnet (noch ätherhaltig)
- 104	.4	-	-	
(102)	-	58.8	31.3	102 theor. C ₄ Butteräure methyl ester
- 120	1.39	59.46	30.38	100 20% C ₅
(127)	-	62.0	27.8	116 theor. C ₅ Valentinsäure-ester
- 135	14.73	62.95	26.81	114 40% C ₆
- 148	.67	-	-	
- 156	2.83	64.48	24.69	125 95% "
(150)	-	64.6	24.6	130 theor. C ₆ Capronsäure-ester
- 165	.62	-	-	
- 170	.72	-	-	
- 176	6.97	65.69	23.08	131 50% C ₇
- 182	2.31	66.45	22.62	137 90% "
- 185	.79	-	-	
(170)	-	66.7	22.2	144 theor. C ₇ Oenanthsäure-ester
- 195	4.08	67.69	21.3	145 60% C ₈
- 200	.72	68.12	20.59	150 85% "
(190)	-	68.4	20.3	158 theor. C ₈ Caprylsäure-ester
- 208	3.34	69.04	20.01	165 45% C ₉
10 mm 127	4.2	69.8	18.6	172 theor. C ₉ Pelargonsäure-ester
" 130	2.0	70.45	18.15	165 60% C ₁₀
"	-	70.9	17.3	186 theor. C ₁₀ Caprinsäure-ester
" 157	4.15	72.23	15.68	186 30% C ₁₁
" 175	1.8	-	-	
"	-	72.0	16.0	200 theor. C ₁₁ Undecylsäureester
"	-	72.8	14.95	214 theor. C ₁₂ Laurinsäure-ester
" 182	7.5	73.4	14.65	212 30% C ₁₂
" 187	1.8	73.2	14.0	228 theor. C ₁₃ Tridecansäure-ester
" 193	.6	-	-	
" 208	4.3	75.05	13.0	255
"	-	75.0	12.48	266 theor. C ₁₅ Pentadecansäure-ester
2" 180	2.45	76.48	11.58	301
0.4 208	3.65	77.73	10.29	330
" 72	5.9	-	-	

Jergsche Li
28.10.36
Stem

III Als Säure abgetrennt als Ag-salz analysiert. (aus Öl über 200° = 9%)

Fraktion des Oles	Menge g	C %	Ag %	
20 mm 75-102	4.7	32.3	48.2	theor. C6 Capronsäure
		33.75	46.7	45% C7
		35.4	45.4	theor. C7 Nonanthsäure

III Als Säure abgetrennt als Salze analysiert

	Menge g	% C	% O	Menge	
20 mm 02-107	1.96	61.07	27.8	-	70% C6
-113	2.1	61.48	28.08	112	85% "
-125	3.45	62.0	27.5	116	theor. C6 Valeriansäure Capronsäure
		63.28	25.76	126	50% C7
-162	7.0	64.46	24.81	138	95% "
		64.6	24.6	130	theor. C7 Nonanthsäure
-180	3.23	65.87	23.39	149	60% C8
-186	2.13	65.21	24.1	-	30% "
		66.7	22.2	144	theor. C8 Caprylsäure

V Als Säure abgetrennt als Methyl ester fraktioniert.

Esterfrakt.

14 mm -120	.8	66.7	24.1	144	theor. C7 Nonanthsäure methyl ester
	-	66.55	21.97	-	10% C8
	-	68.4	20.3	158	theor. C8 Caprylsäure methyl ester
" -130	1.37	69.8	18.6	172	" C9 Pelargonsäure methyl ester
		70.33	17.97	-	ca. 50%
	-	70.9	17.3	186	theor. C10 Caprinsäure methyl ester
" -142	.72	71.52	16.91	-	ca. 50%
		72.0	16.0	200	theor. C11 Undecansäure methyl ester
		73.2	14	228	theor. C13 Tridecansäure methyl ester
" -155	.89	74.03	14.04	-	
		74.5	13.2	242	theor. C14 Myristinsäure
		75.0	12.48	256	" C15 Pentadecansäure
" -165	.35	75.32	12.73	-	
-180	.30	76.6	11.12	-	
		76.6	10.75	298	theor. C18 Stearinsäure
R	1.4	fest asphaltartig.			

Versuche Li

28.10.36

Stern

I. G. FARBENINDUSTRIE AKTIENGESELLSCHAFT LUDWIGSHAFEN A. RH.
Stickstoff-Abteilung

Beilage 2

Wasserdampfdrucköl Li

Zusammenstellung der Alkohole

I primäre

% bez. auf Gesamtöl

2.76 Methanol

5.23 Ethanol

1.0 Propanol

.2 n-Butanol

.2 n-Amylalk.

.23 Alk. - 200°/760

.30 " - 140/3

3.2 höhere

II sekundäre ?

III tertiäre

2.36 Tertiär-butylalkohol
als Ester

Fraktion der höheren Alkohole

°C	g	g	% C	O %	
105-115	.01	.03	61.84	24.88	Propyl-Butyl-gemisch
138-142	.03	.02	62.88	23.63	
	-	-	65.0	21.6	C ₄ n-Butyl-
	-	-	70.8	15.6	C ₆ " Hexyl-
-163	.01	.07	70.85	15.52	
	-	-	72.6	13.8	C ₇ " Heptyl-
177-195	.08	.07	73.56	12.62	
	-	-	73.9	12.3	C ₈ " Octyl-
	-	-	76.1	10.15	C ₉ " Nonyl-
190-200	.07	.06	76.15	10.06	
	-	-	77.0	9.35	C ₁₁ " Undecyl-
	-	-	80.0	5.92	C ₁₈ " Octadecyl-

I. II

I aus Fraktion über 200 bei 20 mm 102-185 °C

II " " " " " 20 " 75-102 "

IV Wasser in Alkoholen

3.88%

Versuche Li

28.10.36

Stern

I. G. FARBENINDUSTRIE AKTIENGESELLSCHAFT LUDWIGSHAFEN A. RH.
Stickstoff-Abteilung

Beilage 3a

Wassergasdrucköl Li.

Analyse der Sauerstofffreien K.W.

Fraktion °C	Anteil bez. auf Sef-öl	Ester %	Olefin		Jsolet.		Paraffin %	
			n %	F %	II %	I %		
-20	20,6	}	-	16,3	-	-	10,3	
				C ₄	36,0	9,0	-	23,5
-25	10,0	}	-	3,7	14,5	-	20,7	
				C ₅	1,3	3,5	6,5	6,8
-30a	5,4	}	-	5,5	14,5	-	-	
				C ₅	16,0	4,5	10	-
-30b	3,6	C ₅	-	5,5	10	10	2,5	
-36	2,3	}	-	15,0	15	10	2,5	
-40	.07							C ₅
-48	.38							C ₅
-50	.6	}	20	4,5	-	10	2,5	
-55	.87							C ₆
-57	.45							C ₆
-60	2,7	}	35	2,5	-	10	3,0	
-62	1,3							C ₆
-66	.07	}	23	3,7	-	1,5	2,5	
-67	.11							C ₆
-68	1,8							C ₆
-70	.19							C ₆
-74	.35	}	-	-	-	-	-	
-78	.23							C ₆
-80	.26							C ₆
-84	3,62	}	50	3,0	-	-	2,0	
-85	.43							C ₆
-86	.09							einshb.
-87	.03							Atk. u. S.
-89	.3							C ₇
-102	4,65	C ₇	-	-	-	-	-	

Versuche Li
28.10.36
Stern

Wassergasdrucköl Li

Analyse der Sauerstofffreien K.W. Fraktion 100-200 °C = 38%

T-Frakt. II Frakt. Jac. Fraktionieren der Bromide

°C	°C	g	°C mm	g	% C	% Br	Mol.	% Olefin	% Paraffin.	
100-150	-	5,32	nicht getrennt.		-	-	-	1,32	4	aus Br-zahl
150-175, 150-181	-		127,20	2,55	65,02	22,9	-	60% Bromid		
	-175	2,8	80,15	4,55	-	-	150	-	-	
	-181	.19	96,7	10,30	54,8	35,2	-	30% C ₁₁		
					54,2	36,2	142	theor. C ₁₀		
	R		R	1,53	-	-	-	-		
186-187	181-189		90,10	7,97	-	-	ca 13	30% Bromid		
	-185	.19	104, "	5,49	55,16	35,3	-	50% C ₁₁		
	-187	2,37	110, "	2,55	55,6	34,8	-	75% C ₁₁		
	-189	.63			56,1	34,1	156	theor. C ₁₁		
			124, "	1,02	-	-	-	-		
			125,5	83	-	-	-	-		
			R	.62	-	-	-	-		
202-204, 189-208			90,10	5,52	-	-	168	P. 66% Brd C ₁₂		
			104, "	2,25	65,44	22,7	-	-		
	-195	.67	110, "	1,73	-	-	-	-		
	-208	2,82			57,8	32,2	170	theor. C ₁₂		
			117, "	5,51	58,15	32,0	-	20% C ₁₃		
			125,5	4,52	58,76	31,0	-	60% "		
			R	.6	-	-	-	-		

Fraktion über 200 (225) = 9%

°C mm	g	Br-zahl	
-94, 12	3,65	48	Ein Teil des mit HBr erhaltenen Bromids ist in HBr löslich.
-111, "	2,75	48	
-120, "	3,20	48	
-90, 7	12,70	48	
-108, 1	8,4	44	
-111, 6	7,7	42	
-123, 6	3,65	44	
-123, 0,6	10,55	32	
-125, "	2,55	30	Das mit HBr erhaltene Brd ist in HBr löslich. 12%
-145, "	2,1	23	
-180, "	1,7	7	ca 50% Olefin 50% Paraffin.
R	37,3		6% Säure 10,6% Paraffin 5,7% Asphalt 4% Unlösliches

28.10.36

Stern

I. G. FARBENINDUSTRIE AKTIENGESELLSCHAFT LUDWIGSHAFEN A. RH.
Stickstoff-Abteilung

Wassergasdrucköl D

Beilage 1.

Analysen der Ester

Säuren (als Ag -Salze bestimmt)

Frakt.	% C	H	Ag	Esteralkohole	Freie Alkohole
—	14.4	1.8	64.3	theor. C_2 Essigsäure	
48-56	14.84	2.38	64.3	90% C_2 $\cdot\text{OH}, \text{---}\cdot\text{OH}, \text{---}\cdot\text{OH}, \text{---}\cdot\text{OH}$	$\cdot\text{OH}, \text{---}\cdot\text{OH}$ $\text{---}\cdot\text{OH}$ $\text{---}\cdot\text{OH}$
-87	16.53	2.26	62.2	62% " " " "	$\text{---}\cdot\text{OH}$
-102	17.93	2.75	61.5	60% " $\text{---}\cdot\text{OH}, \text{---}\cdot\text{OH}$	$\text{---}\cdot\text{OH}$ $\text{---}\cdot\text{OH}$
—	19.9	2.77	59.4	theor. C_3 Propionsäure	
-118	20.68	2.96	59.1	90% C_3 $\text{---}\cdot\text{OH}, \text{---}\cdot\text{OH}$	$\text{---}\cdot\text{OH}$ $(\text{---}\cdot\text{OH})$
-131	21.33	3.28	58.1	70% " " " "	$\text{---}\cdot\text{OH}$ $(\text{---}\cdot\text{OH})$
—	24.5	3.57	55.0	theor. C_4 Buttersäure	
-158	24.37	3.96	55.9	100% C_4 $\text{---}\cdot\text{OH}, \text{---}\cdot\text{OH}$ $(\text{---}\cdot\text{OH})$	$\text{---}\cdot\text{OH}$ $\text{---}\cdot\text{OH}$
—	28.7	4.3	51.5	theor. C_5 Valeriansäure	
-186	28.93	4.77	51.3	100% C_5 $\text{---}\cdot\text{OH}, \text{---}\cdot\text{OH}$ $(\text{---}\cdot\text{OH}, \text{---}\cdot\text{OH})$	
-191	30.67	4.73	49.5	40% " " "	
—	32.3	4.9	48.2	theor. C_6 Capronsäure	
-205	24.73	3.68	54.8	100% C_4 $\text{---}\cdot\text{OH}, \text{---}\cdot\text{OH}$	
Val. 1	27.06	4.3	52.2	35% " " " "	höhere Alkohole $\text{C}_8 - \text{C}_{12}$
2	26.83	3.64	53.2	65% C_5 50% C_4 50% C_6	
3	29.41	4.47	50.9	80% C_5 20% C_6	
4	29.98	4.55	49.9	65% C_5 35% C_6	

Versuche Li-Du
19. Okt. 36
Steu

Wassergasdrucköl D

Beilage 2a

Analyse der Sauerstofffreien KW
Fraktion 60-160

No	Z. mm.	Menge, g.	Elementaranalyse	Anteil	Schaltan	
		Fraktion	% C	% Br	%	Art. Brd
						%
1	82	185	22	78.45	6.56	87 P 20 Hexan mit Hexen 13%
2	"	100	32.6	48.71	42.58	87 Ol. 16 57% n-Hexen 30% = ... u Hexan
			43.5	48.4		theor. n-Hexen. Kp. 69
3	"	80	54.05	45.12	47.00	55% C ₆ 9 55% n-Hexen 45% Hepten etwas = ...
			47.0	44.7		theor. n-Hepten Kp. 98
4	"	56	21.58	47.68	43.88	} 75% C ₇ 12 75% n-Hepten 25% Octen etwas Isoolefin
5	R		14.4	-	-	
Fr. 98-102						
1	60	200	12.38	-	-	-
2	72	"	29.05	83.63	.32	99% - 99% Heptan
3	82	"	1.20	-	-	-
4	"	90	2.75	-	-	-
5	"	55	3.15	-	-	-
6	65	11	62.00	47.37	44.13	99% 16.5 99% Hepten(n) mit Isohepten
7	75	11	31.35	47.03	44.53	100 " 6.7 fast reines n-Hepten
8	R		10.55	-	-	-
Fr. 102-118						
1	80	145	9.55	80.66	4.73	90% 19. Heptan-Octan. Iso-haltig
2	"	125	2.55	-	-	-
3	"	24	2.38	-	-	-
4	"	17	8.88	49.5	41.63	69 n-Octen etwas Iso-haltig
				49.8	41.5	theor. n-Octen Kp. 125
5	"	15	9.38	50.98	40.92	50% 11.5 Octen 50% Nonen
Fr. 118-158 I Br. zahl 65-66						
1	"	160	2.15	-	46.3	16.
2	"	120	13.05	82.3	2.62	95% Nonan
3	"	70	2.55	-	4.7	51
4	"	15	2.0	-	6.1	41.
				52.2	38.6	theor. Nonan Kp. 155 n-Nonan
5	91	10	26.58	52.18	38.54	100 3.6 n-Nonen
6	R		2.2	-	-	-
Fr. 118-158 II Br. zahl 56-50						
1	80	45	18.1	83.84	.88	98% Nonan-Decan
2	"	15	2.45	-	-	-
3	92	15	.60	-	-	-
4	80	10	6.8	52.7	38.1	75% 8.6
5	47	"	13.7	53.4	37.22	60% 2.4 n-Decan
6	R		1.45	-	-	-
				54.2	36.2	theor. Decan Kp. 173 n-Decan

Versuche Li-Du
19. Okt 1936
L. Kern

Wassergasdrucköl D

Beilage 25

Analyse der Sauerstofffreien K_W

Fraktion 160 - 250.

No.	°C.	mm	Menge g	Elementaranalyse		Mol-gew (Benzol)							
				% C	% Br								
Fraktion (über 158) - 160													
1	56	15	5,95	-	-	127	Paraffin: Nonan?						
2	80	"	1,25	-	-								
3	95	"	6,48	59,6	29,68	182							
Fraktion - 170													
1	55	15	3,55	-	-	127							
2	65	"	6,55	-	-	132							
3	"	2	9	-	-								
4	80	"	8,20	55,78	34,41	195	80% Undecen mit Decen unv. ??						
<table border="1" style="width: 100%;"> <tr> <td>54,2</td> <td>36,2</td> <td>ther. Decen Kp. 173 Decan C₁₀</td> </tr> <tr> <td>56,1</td> <td>34,1</td> <td>" Undecen " 195 Undecan C₁₁</td> </tr> </table>								54,2	36,2	ther. Decen Kp. 173 Decan C ₁₀	56,1	34,1	" Undecen " 195 Undecan C ₁₁
54,2	36,2	ther. Decen Kp. 173 Decan C ₁₀											
56,1	34,1	" Undecen " 195 Undecan C ₁₁											
Fraktion - 177													
1	65	25	1,2	-	-								
2	70	15	7,88	-	-	137	Paraffin						
3	80	15	6,5	60,11	29,32	194	Olefin mit Paraffin unv. reinigt						
Fraktion - 185													
1	70	15	3,55	-	-	142	Paraffin						
2	80	"	1,05	-	-								
3	"	1	4,45	63,64	25,26	187	Olefin mit Paraffin unv. reinigt						
Rückstand													
1	"	15	4,75	-	-	150	} vorwiegend Paraffin						
2	"	6	4,75	81,3	4,53	151							
3	90	15	4,73	60,69	28,70	208		Olefin und Paraffin					
Fraktion über 205													
1-8	88	22	4,2	enthält nur sehr wenig Olefin = 1% Br									
-138													
9-11	142	"	4,5	" ca 20% Olefin = 6% Br									
-150													
12	üb. 150	"	18	wenig Bod, z.T. festes Paraffin.									

Die Analysen über 158° stimmen mit dem K_p der betreffenden Fraktion und den Molgew. schlecht überein, die Analysen ergeben infolge mangelhafter Färbung der Bromide von den Paraffinen zu hohe C-zahlen. Hier kann man den Olefingehalt nur noch schätzen. Auffällig ist das Wiederauftreten von Olefin über 205° in einer Fraktion während vor- und nachher die Paraffine ständig zunehmen.

Versuche Li-Du

19. Okt. 36

Herr

I. G. FARBENINDUSTRIE AKTIENGESELLSCHAFT LUDWIGSHAFEN A. RH.

Stickstoff-Abteilung

Herrn Dir. Krauch

Durchgesehen:
 Dir. Müller-Cunrad
 Dr. F. Wisniewski
 Ammonlabor.
 Dr. Duffschmitt

Untersuchung von Wassergasdrucköl
 Nachtrag z. Ber. v. 25. 11. 36

Oppau 30.7.37
 Op. 200
 Vertraulich.

JH

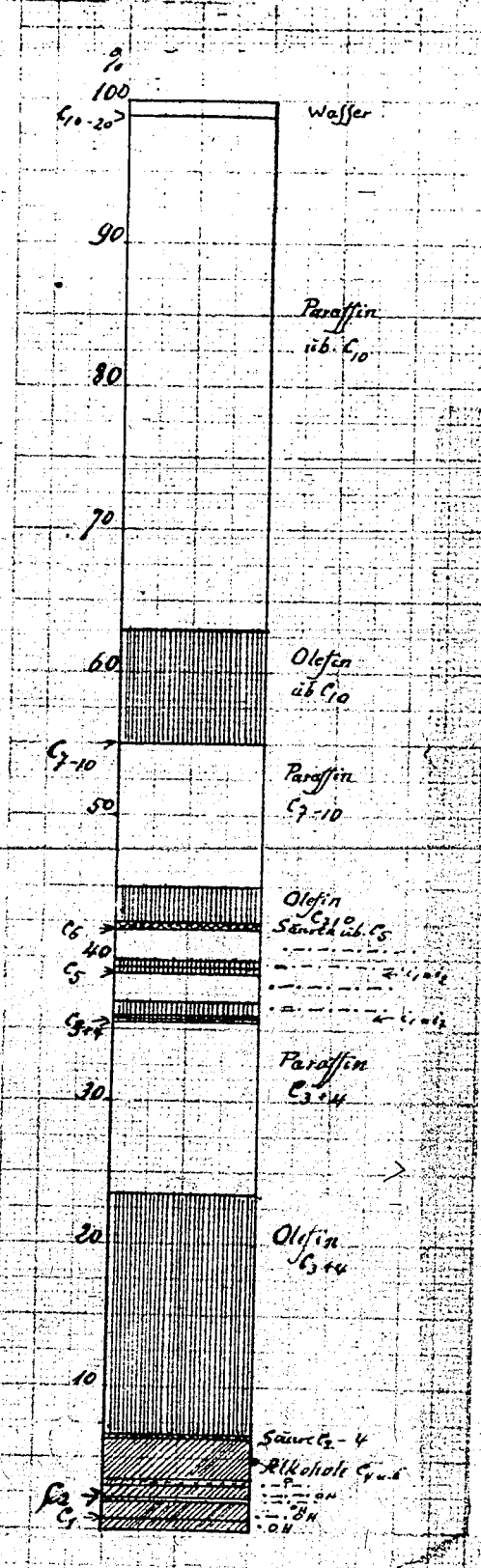


Tabelle:

C Zahl	Säure	Alkoh. prim.	Alkoh. sec.	Aether	Olefin			Paraffin	Wasser
					1	2	3		
1			7						2.0
2			1.4						
3	0.3		8	4	5				
4							17	11.4	
5							0.7	37.10	2.02
6	0.5						0.6	34.26	2.2
7-10								2.5	10.2
über 10								8.2	3.56

Nebenstehende Zusammenstellung zeigt in gleicher Weise wie im Bericht v. 25. 11. 37 die Zusammensetzung eines Wassergasdrucköles aus größeren Versuchen von Dr. Linckh Duffschmitt mit Fe-Kontakt 997 und Ölkreislauf. S. 2 zeigt die Feinfraktionierung des zwischen 20 - 150° siedenden Anteils. S. 3 stellt diesen Versuch dem früheren gegenüber.

Es tritt durch den Ölkreislauf eine starke Verschiebung von den aus C₄-C₁₀ bestehenden Anteilen zu hoher polymeren auf: Anteil über C₁₀ steigt o. 8% auf 53% gleichzeitig fällt der Anteil der O-haltigen Verbindungen zu Gunsten des Anteils der Paraffine.

Stern

900000347

S. 2.

4132

26 28.4%

25

24

23

22

21

20

19

18

17

16

15

14

13

12

11

10

9

8

7

6

5

4

3

2

1

0

%

100

10 20 30 40 50 60 70 80 90 100 110 120 130 140 150 160

C

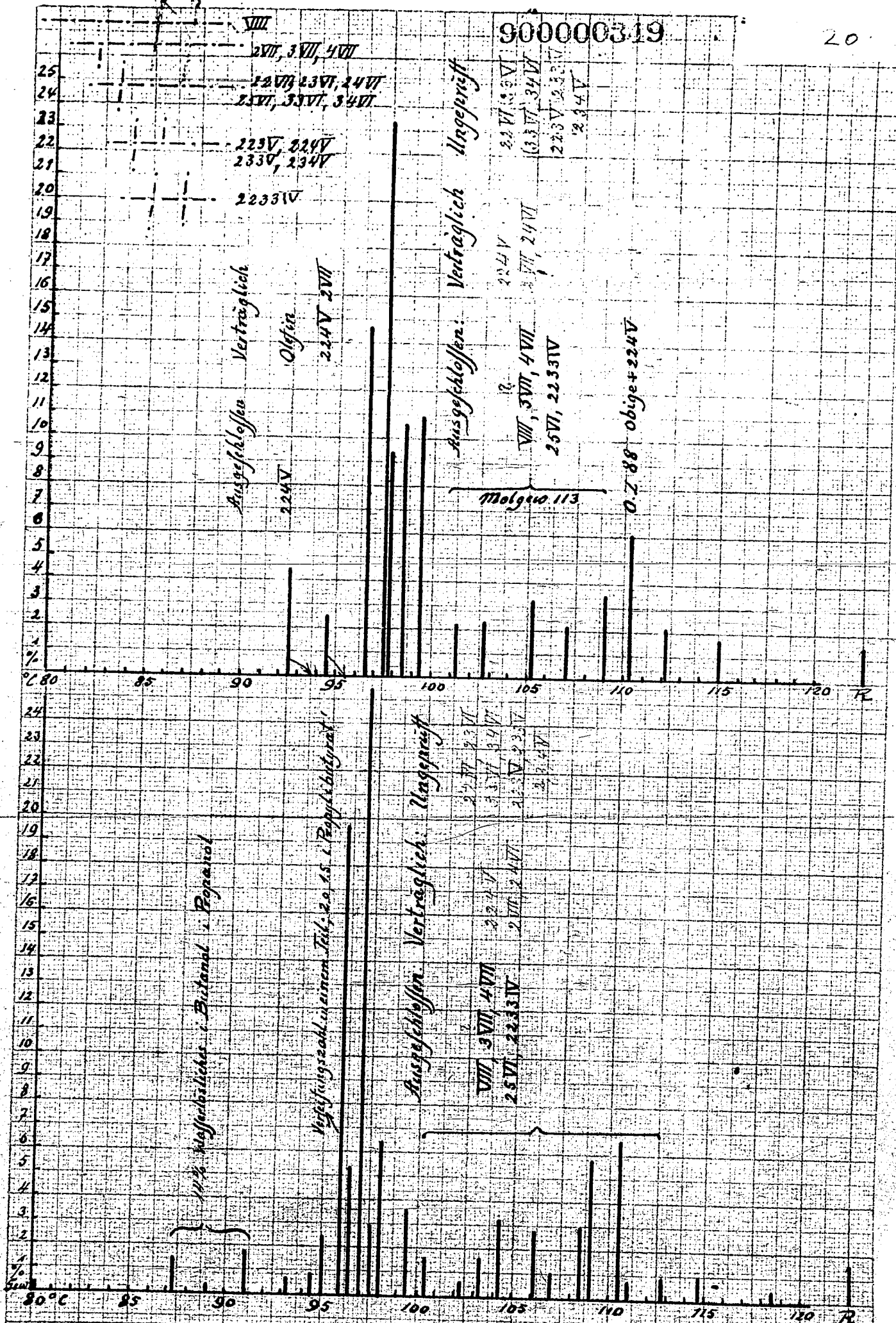
I.G. Farbenindustrie Aktiengesellschaft
Ludwigshafen a. Rhein.

Feinfraktionierung der v. 10-150° siedenden Öl-
und Alkoholanteile des Wassergasdrucköl
Li-Du Fe 997 Ölkreislauf

Bericht

Stern

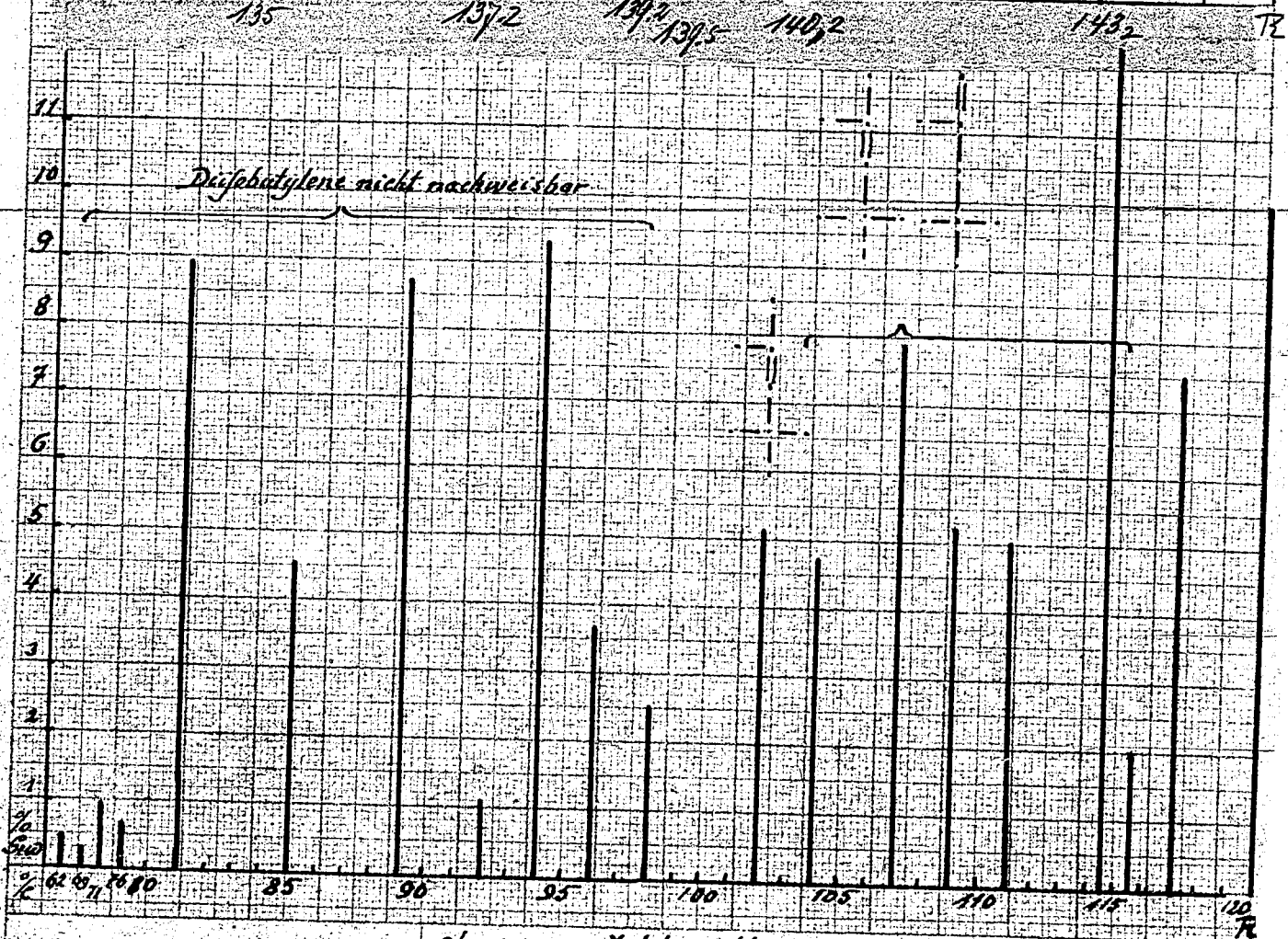
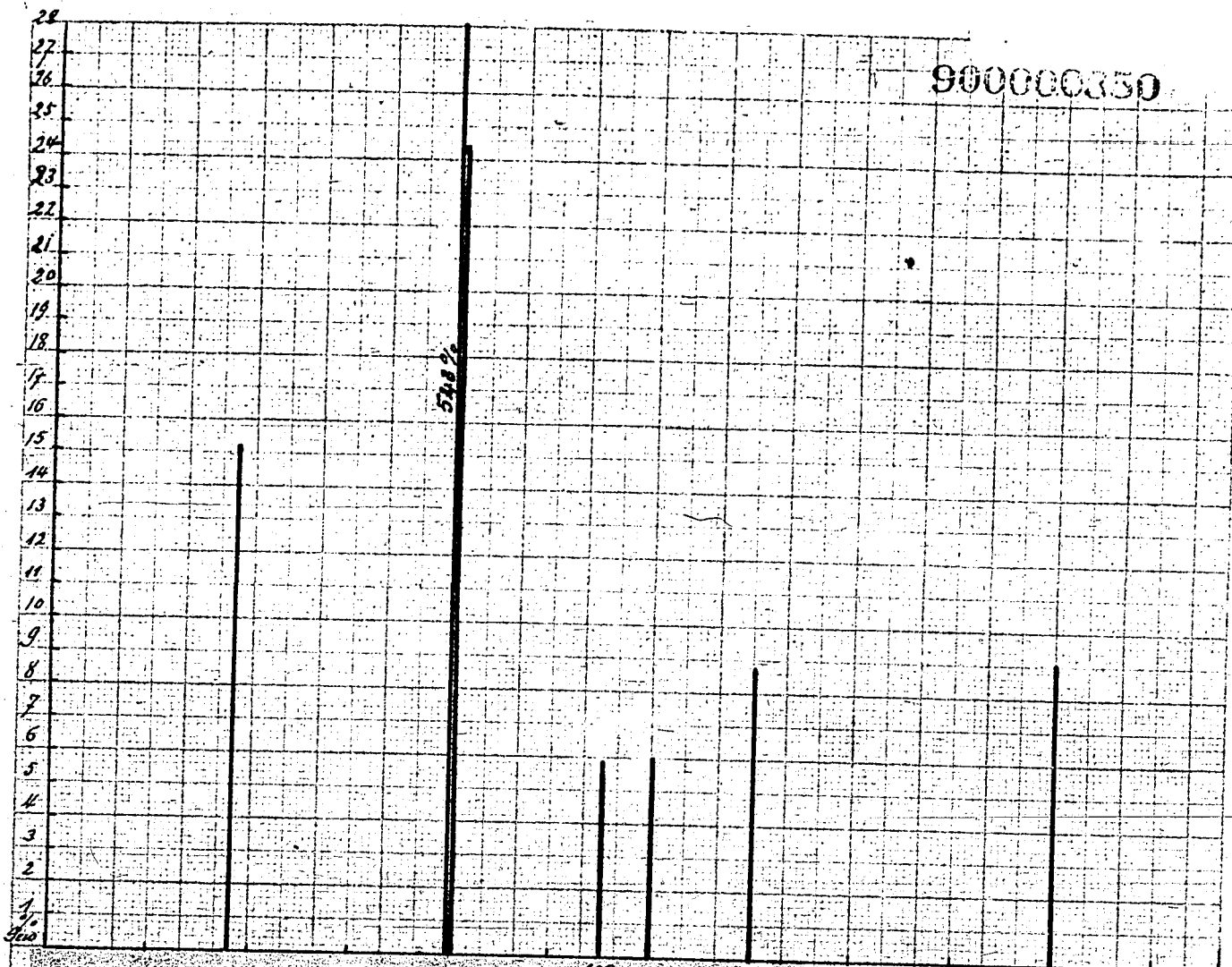
9000000319



I.G. Farbenindustrie Aktiengesellschaft, Ludwigshafen a. Rhein.

Ober: EP 100 Probeo. 3.3.37. Op. 105. C 0298
 Unten: " " " 18.1.37 " " B " 95.5

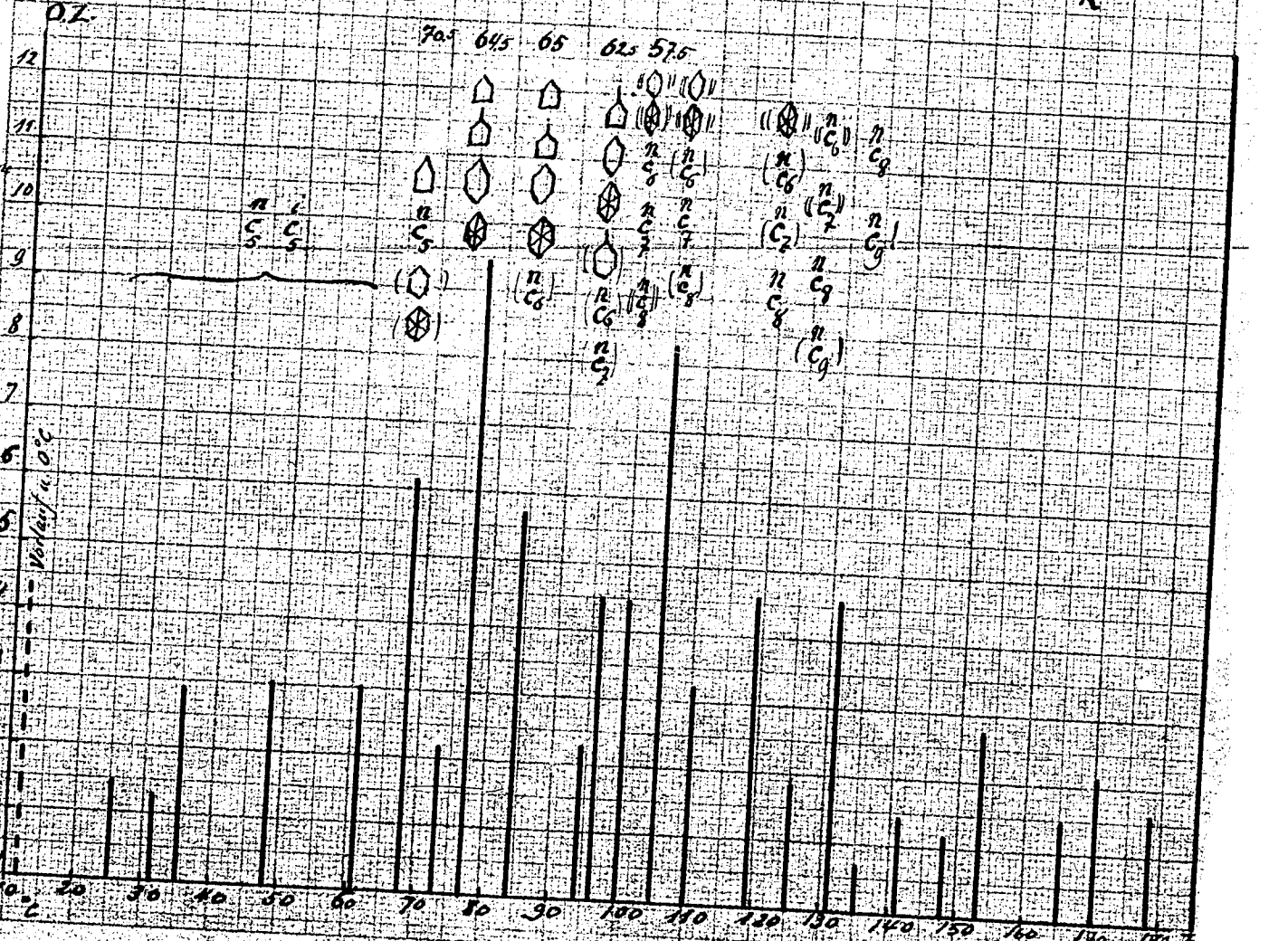
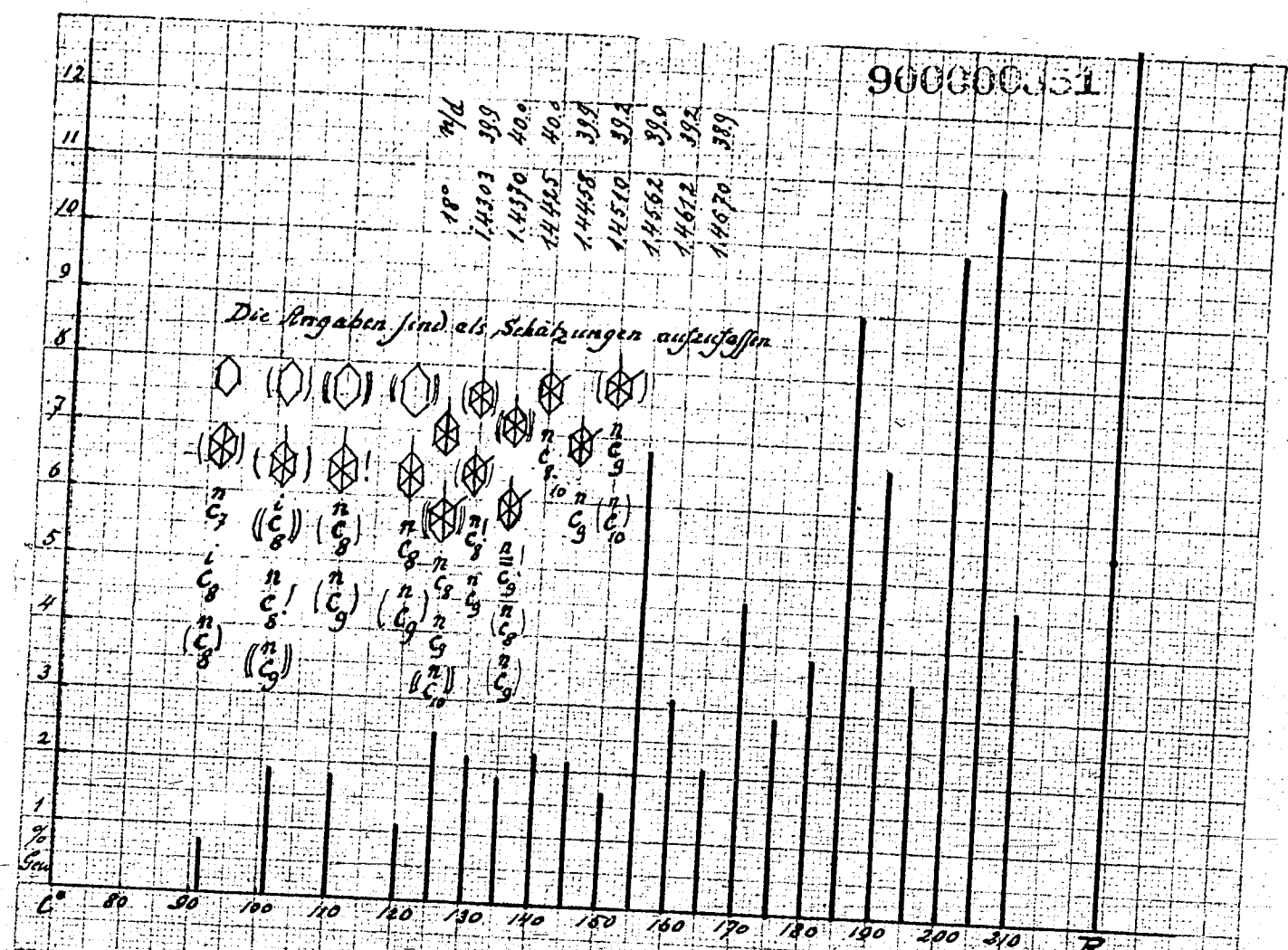
Siedeanteile i. Gew. %
 Zu Bericht Stern
 Tramm-Friedrichsen



I. G. Farbenindustrie Aktiengesellschaft,
Ludwigshafen a. Rhein.

oben: o-m-p-Xylolgemisch 1:1:1 3x Teinfaktion mit Siedeanteile in % Gew
unten: Jobutylöl-Vorlauf (ketonfrei) Zu Bericht Stern
Timm, Friedrichsen

90000051



- ⊕ Normale
- ⊗ Brom.
- nC
- norm. x Paraffin
- ()
- Wenig
- ()
- Spur
- !
- Hauptmenge

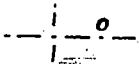


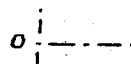



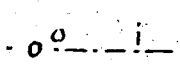
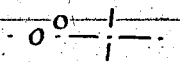
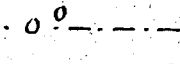
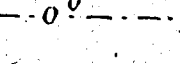

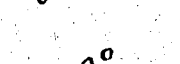
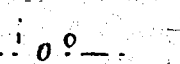
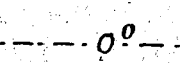
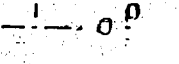

I.G. Farbenindustrie Aktiengesellschaft, Ludwigshafen a. Rhein.

Ober: Sumpffahnen-Schwefbenzä-Stinkkohlenhydring
 Probe n. 25.2.35.14.35
 Unten: Polymer-Benzolhydr. Hauber Jost 1400/36

Siedeanzeige in % Sd.
 zu Bericht: Stern
 Timm-Friedrichen.

I. G. FARBENINDUSTRIE AKTIENGESELLSCHAFT LUDWIGSHAFEN A. RH.
Stickstoff-Abteilung

Um OZ 100 bei 0,08% Pb in Staravo-Flugbenzin zu erreichen
sind im Gemisch nötig %:

Ketone:	1. Pinakolin		133%	0,1 Pb statt 0,08
	2. Cyclopentanon		53	
Äther:	3. Diisopropyläther		43	
	4. Amylenhydrat-methyläther		50	
	5. 1,1,1,2,2-Penta-methyläther		80	
	6. Cyclopentanol-methyläther			bei 53% erst OZ 78
	7. tert. Butylcarbinol-methyläther			ohne Pb OZ 40 im Gemisch
Äther u. 100 cem Pinakolin Ketongem.	15. Amylenhydrat-methyläther		43,5%	enthält dabei 37% Pinakolin
Äster	8. i. Valerianf. Methyl		70%	Äster sind wegen Starkeren
	9. Trimethyleffigf.		53	Verpackens ungeeignet!
	10. n. Butterf.		30	
	11. " nethyl		61	
	12. i. Butterf. Methyl		53	
	13. " i. Propyl		60	
	14. Propionf. n. Propyl		60	
	15. Effigf. i. Propyl		60	
	16. " n. Butyl		77,5	
	17. Ameisensf. i. Butyl		53	