

TITLE PAGE

VII. Hochdruckversuche Laboratories: Reports on
Michael Hydrocarbon synthesis.
Folder No. 329/IX-C-6.

TITLE PAGE

1. Vergleichende Produktenuntersuchung
der Produkte aus der Gasphase-
und Schaumphasensynthese, bei verschie-
denen Temperaturen.
Comparative analysis of the products
of the gas and emulsion phase
synthesis at different temperatures.

Frame Nos. 675 - 685

Zurück an
Vorzimmer Dir. Dr. Pler

Vergleichende Produktuntersuchung
der Produkte aus der
Gasphase- und Schaumphasesynthese.
bei verschiedenen Temperaturen.

- Tafel 1 Synolprodukt aus Leuna ohne Vorbehandlung.
- Tafel 2 Synolprodukt aus Leuna vor der Destillation entsäuert.
- Tafel 3 Produkt aus geraden Gasphaseöfen Temp. 195°
Versuchsbedingungen wie 1 (Leuna).
ohne Vorbehandlung
- Tafel 4 Produkt aus geraden Gasphaseöfen Temp. 195°
Versuchsbedingungen wie 2 (Leuna)
Vor der Destillation entsäuert.
- Tafel 5 Produkt aus Gasumwälzofen norm. Durchgang Temp. 195°
ohne Vorbehandlung.
- Tafel 6 Produkt aus Gasumwälzofen geringe Verweilzeit Temp. 195°
ohne Vorbehandlung.
- Tafel 7 Produkt aus Gasumwälzofen geringe Verweilzeit Temp. 195°
vor der Destillation entsäuert.
- Tafel 8 Produkt aus Rührschaumofen Temp. 210°
ohne Vorbehandlung.
- Tafel 9 Wiederholung von 8.
- Tafel 10 Produkt aus Rührschaumofen Temp. 210°
vor der Destillation entsäuert.
- Tafel 11 Produkt aus Rührschaumofen Temp. 250°
vor der Destillation entsäuert.

Vorläufiger Bericht.

Um ein endgültiges Urteil über die Verwendbarkeit unserer Synthesölverfahren zur Synolherstellung abzugeben, ist noch das Ergebnis einiger noch ausstehender Untersuchungen, und die vergleichenden Untersuchungsergebnisse der Synolprodukte aus Leuna abzuwarten.

Es wurde Originalprodukte und vor der Destillation entsäuerte Produkte untersucht. Nach Angaben von Herrn Dr. Reisinger werden die Alkohole nicht als solche durch die Analyse erfasst, wenn man die Produkte nicht vor der Untersuchung entsäuert.

Nach unseren Untersuchungen sind die Unterschiede nicht sehr erheblich, vermutlich, weil ein Teil der Alkohole bei den Nachwaschungen verloren geht. Wie weit dies der Fall ist, wird noch festgestellt.

Vergleicht man das Original-Synolprodukt (Tafel 1) aus Leuna mit dem Produkt aus unseren kleinen Fischeröfen (Tafel 3) und mit den Produkten aus den Gasumwälzöfen (Tafel 5, 6 und 7) so kommt man zu folgenden Ergebnissen.

Der Gehalt an freiem Alkohol der Mittelölfractionen ist im Leunaprodukt im Mittel 25 % und in unserem Produkt aus Fischeröfen 20 % in dem Produkt aus unseren Gasumwälzöfen bei langer Verweilzeit 15 % bei kurzer Verweilzeit 18 % und 20 % nach vorausgehender Entsäuerung der Produkte.

Der Gesamt-Alkoholgehalt ist im Leunaprodukt 29 % im Fischerofen 35 % im Gasumwälzofen lange Verweilzeit 24 % kurze Verweilzeit 22 % und 29 % nach vorausgehender Entsäuerung.

Vorläufig kann man also sagen:

der Unterschied zwischen Geradendurchgangs- und Umwälzöfen ist gering. Jedoch sind die ersteren für die Synolsynthese geeigneter. Von den hohen Alkoholgehalten, die Herr Dr. Wenzel mitteilte, konnten wir nichts feststellen. Analysen von Leuna liegen nicht vor. Wir haben aber noch Produkt zur Untersuchung angefordert und um eine Untersuchung nach der Leunaer Methode gebeten. Grundsätzlich bestehen aber zwischen den an beiden Stellen untersuchten Produkten keine Unterschiede in den Werten.

- 2 -

Die Produkte aus den Rührschaumöfen bei 210° enthalten vor der Entsäuerung 12 % freie Alkohole, 29 % Gesamt-Alkohole und nach der Entsäuerung 20 % freie Alkohole und 28 % Gesamt-Alkohole.

Die Produkte aus den Rührschaumöfen mit 250° (Mittelölfahrweise) enthalten nach der Entsäuerung 11 % freie Alkohole, und 14 % Gesamt-Alkohole in der Mittelölfraction.

Der Olefingehalt liegt grundsätzlich je höher je geringer der Alkoholgehalt ist.

Die Summe aus Olefinen und Alkoholen ist bei unseren Syntheseverfahren höher als bei dem Synolprodukt aus Leuna.

M. W. S.

Vers.Nr. 717
 Leuna Produkt
 21.5.1941

Tafel 1

Synolprodukt aus Leuna.
 Produkt ohne Vorbehandlung.

Fraktion	a	b	c	d	e	f	g	h
	-100°	100-150°	150-200°	-100°/2mm	-150°/2mm	-200°/2mm	-250°/2mm	Rückstand
Anteil	19,4 %	18,2 %	19,2 %	7,8 %	14,6 %	10,9 %	4,5 %	6,4 %
	Benzin 56,8 %			Mittelöl 36,8 %				
Molgewicht	80	101	112	143	190	259	265	580
freie Alkohole	7,5 %	21,8 %	24,0 %	14,6 %	20,0 %	26,1 %	19,0 %	-
veresterte Alkohole	0,3 %	0,6 %	1,0 %	2,2 %	4,5 %	7,3 %	6,3 %	13,0 %
Gesamt-Alkohole	7,8 %	22,4 %	25,0 %	16,8 %	24,5 %	33,4 %	25,3 %	-
Aldehyde+Ketone	8,7 %	11,8 %	4,1 %	3,7 %	3,5 %	2,3 %	1,6 %	-
freie Säuren	0,05 %	0,6 %	0,6 %	0,1 %	0,1 %	0,1 %	0,3 %	-
Olefine								
n.Hydrierzahl	44,8 %	30,5 %	21,8 %	27,2 %	23,4 %	19,0 %	13,7 %	9 %
n.Jodzahl (Hanus)	51,0 %	30,5 %	22,6 %	28,6 %	26,0 %	22,6 %	19,8 %	41 %

Vers.-Nr. 719
75 cm Ofen
26.5.1941

Tafel 3.

Produkt aus graden Gasphase-Ofen.

Kontakt: Schmelzkontakt (Leuna) Temp. 195° 20 At.

Umsatz 20-30 % Leistung 0,2

Produkt ohne Vorbehandlung

Fraktion	a	b	c	d	e	f	g	h
	-100°	100-150°	150-200°	-100°/3mm	-150°/2mm	-200°/2mm	-250°/2mm	Rückstand
Anteil	27,4 %	15,3 %	12,7 %	7,8 %	16,8 %	10,3 %	4,7 %	5 %
	Benzin 55,4 %			Mittelöl 39,6 %				
Molgewicht	83	95	116	149	206	249	306	800
freie Alkohole	22,2 %	24,0 %	24,0 %	24,0 %	21,3 %	14,7 %	21,5 %	11,5 %
veresterte Alkohole	2,1 %	0,7 %	5,0 %	9,1 %	15,0 %	20,0 %	28,0 %	41,0 %
Gesamt-Alkohole	24,3 %	24,7 %	29,0 %	33,1 %	36,5 %	34,7 %	49,5 %	52,5 %
Aldehyde+Ketone	24,8 %	16,5 %	8,9 %	7,4 %	4,6 %	5,1 %	7,1 %	68,0 %
freie Säuren	0,15 %	4,1 %	2,7 %	0,1 %	0,1 %	0,1 %	0,2 %	0,5 %
Olefine								
n.Hydrierzahl	33,0 %	22,2 %	17,5 %	20,6 %	14,7 %	9,2 %	12,2 %	
n.Jodzahl (Hanus)	45,0 %	19,4 %	20,7 %	25,0 %	18,0 %	18,0 %	26 %	

(85)

Vers.Nr. 716
U-Ofen 2
20.5.1941

Produkt aus Gasumwälzofen.

Tafel 5

Kontakt: Schmelzkontakt, fein (Leuna) Temp. 195° 20 At.
ca 50-60 % Umsatz Leistung 0,4 norm. Verweilzeit.
Produkt ohne Vorbehandlung.

Fraktion	a	b	c	d	e	f	g	h
	-100°	100-150°	150-200°	-100°/5mm	-150°/2mm	-200°/2mm	-250°/2mm	Rückstd.
Anteil	11,7 %	8,9 %	9,8 %	3,9 /	14,6 %	14,5 %	6,4 %	30,9 %
	Benzin 30,4 %			Mittelöl 38,8 %				
Molgewicht	74	91	123	162	193	246	292	560
freie Alkohole	15,4 %	27,5 %	24,1 %	19,0 %	13,2 %	9,4 %	16,7 %	15,0 %
veresterte Alkohole	1,2 %	2,0 %	3,5 %	6,0 %	7,2 %	8,5 %	13,0 %	19,0 %
Gesamt-Alkohole	16,6 %	29,5 %	27,6 %	25,0 %	20,4 %	17,9 %	29,7 %	34,0 %
Aldehyde + Ketone	6,6 %	9,5 %	4,4 %	5,4 %	3,2 %	3,1 %	6,8 %	26,0 %
freie Säuren	0,6 %	6,1 %	4,9 %	0,8 %	0,5 %	0,3 %	0,4 %	0,6 %
Olefine								
n.Hydriersahl	46 %	39 %	47 %	48 %	34 %	21 %	28 %	6,5 %
n.Jodzahl (Ranus)	53 %	32 %	47 %	42 %	34 %	28 %	39 %	41 %
Sauerstoff nicht bestimmt.								

189

Vers.Nr. 728

U-Ofen 1

28,7,1941

Tafel 7

Produkt aus Gasumwälzofen.

Kontakt: Schmelzkontakt (Leuna) Temp. -195° 20 At

ca 15 % Umsatz 0,2 Leistung geringe Verweilzeit.

Produkt vor der Destillation mit 5 % KOH entsäuert und 4 x nachgewaschen.

	a	b	c	d	e	f	g	h
Fraktion	-100°	100-150°	150-200°	-100°/18mm	-150°/18mm	-200°/18mm	-250°/18mm	>250°
Anteil	6,6 %	22,6 %	18,8 %	3,4 %	13,4 %	23,3 %	6,7 %	5,2 %
	Benzin 48,0 %			Mittelöl 46,8 %				
Molgewicht	95	108	121	131	162	216	291	460
freie Alkohole	7,8 %	19,0 %	28,7 %	24,1 %	28,5 %	19,0 %	13,8 %	15,0 %
veresterte Alkohole	0,4 %	0,8 %	2,3 %	2,7 %	3,2 %	3,8 %	5,2 %	16,2 %
Gesamt-Alkohole	8,2 %	19,8 %	31,0 %	26,8 %	31,7 %	22,8 %	19,0 %	31,2 %
Aldehyde+Ketone	5,7 %	6,7 %	9,0 %	7,6 %	6,5 %	4,2 %	7,8 %	92,0 %
freie Säuren	0,01 %	0,01 %	0,01 %	0,01 %	0,01 %	0,01 %	0,01 %	0,01 %
Olefine								
n.Hydrierszahl	65 %	59 %	46 %	46 %	38 %	23,5 %	46 %	13 %
n.Jodzahl(Hanus)	65 %	52 %	34,5 %	35,5 %	29 %	20 %	20 %	48 %
Sauerstoff	4,2 %	5,6 %	7,2 %	6,0 %	5,3 %	2,8 %	2,3 %	4,7 %

682

Vers.Nr. 720
 U-Ofen 5
 4.6.1941

Tafel 8

Produkt aus Rührschaumofen.

Kontakt: Pulver-Schmelzkontakt (Leuna) Temp. 210° 20 At.
 ca 20 % Umsatz Leistung 0,15 von 12 Tagen Laufzeit.
 Produkt ohne Vorbehandlung.

Fraktion	a -100°	b 100-150°	c 150-200°	d -100°/2mm	e -150°/2mm	f -200°/2mm ^{x)}	g Rückstand
Anteil	10,5 %	8,1 %	10,1 %	6,2 %	12,9 %	47,9 %	5,1 %
	Benzin			Mittelöl			
Molgewicht	80	91	117	133	175	239	440
freie Alkohole	17,5 %	15,2 %	18,2 %	22,6 %	23,8 %	14,8 %	7,8 %
veresterte Alkohole	2,3 %	3,0 %	6,5 %	9,1 %	14,3 %	17,0 %	35,0 %
Gesamt-Alkohole	19,8 %	18,2 %	24,7 %	31,7 %	38,1 %	31,8 %	42,8 %
Aldehyde + Ketone	14,9 %	9,2 %	10,9 %	9,4 %	7,0 %	4,7 %	94,0 %
freie Säuren	0,7 %	6,3 %	3,4 %	0,5 %	0,4 %	0,1 %	0,9 %
Olefine							
n.Hydrierzahl	47 %	30 %	39,6 %	35,8 %	30,0 %	27,5 %	-
n.Jodzahl (Hanus)	46, %	34 %	37 %	36 %	33,7 %	29,7 %	44,5 %
Sauerstoff	11,18 %	13,6 %	10,46 %	7,49 %	6,52 %	4,53 %	6,97 %

x) Der grosse Anteil dieser Fraktion erklärt sich durch eine teilw. Ergänzung aus dem Ofensumpf.

Versuch ist nach längerer Laufzeit wiederholt, Vers. Nr. 725

83
88
66Vers. Nr. 725
U-Ofen 5
28.6.1941

Tafel 9

Produkt aus Rührschaumofen.Kontakt: Pulver-Schmelzkontakt (Leuna) Temp. -210° 20 At.

Versuchswiederholung von Vers. 720 nach 5 Wochen Laufzeit.

Produkt ohne Vorbehandlung.

Fraktion	-200°	$-100^{\circ}/2\text{mm}$ ^a	$-150^{\circ}/2\text{mm}$ ^b	$-200^{\circ}/2\text{mm}$ ^c	$>200^{\circ}/2\text{mm}$ ^d
Anteil	Benzin 46,5 %	6,4 %	12,9 %	20,6 %	13,6 %
		Mittelöl	39,9 %		
Molgewicht		161	202	271	600
freie Alkohole		16,3 %	10,0 %	9,0 %	13,2 %
veresterte Alkohole		15,0 %	21,0 %	18,8 %	52 %
Gesamt-Alkohole		31,3 %	31,0 %	27,8 %	65,2 %
freie Säuren		0,5 %	0,3 %	0,3 %	2,7 %
Aldehyde + Ketone		7,8 %	3,7 %	2,0 %	48,0 %
Olefine					
n. Hydrierzahl		39,0 %	27 %	15,2 %	
n. Jodzahl (Hanus)		43,0 %	34 %	26 %	50 %
Sauerstoff		6,52 %	5,66 %	4,10 %	5,79 %

189

Vers. Nr. 730
U-Ofen 3
4.8.1941

Tafel 10

Produkt aus Rührschaumofen.

Kontakt: (Pulver, Schmelzkontakt) Temp. 210° 20 At.

Produkt vor der Destillation mit 5 % KOH entsäuert und 4 x nachgewaschen.

Fraktion	a	b	c	d	e	f	g
	-100°	$100-150^{\circ}$	$150-200^{\circ}$	$-100^{\circ}/1\text{mm}$	$-150^{\circ}/1\text{mm}$	$-200^{\circ}/1\text{mm}$	$>200^{\circ}/1\text{mm}$
Anteil	7,2 %	13,7 %	14,4 %	11,0 %	15,0 %	25,2 %	13,4 %
	Benzin 35,3 %			Mittelöl 51,2 %			
Molgewicht	84	97	134	158	202	261	635
freie Alkohole	8,0 %	14,6 %	24,0 %	21,0 %	19,5 %	8,8 %	-
Veresterte Alkohole	8,2 %	15,3 %	27,4 %	28,5 %	34,1 %	25,4 %	-
	0,2 %	0,7 %	3,4 %	7,5 %	14,6 %	16,8 %	45 %
Aldehyde+Ketone	6,0 %	6,2 %	9,2 %	6,8 %	5,8 %	3,9 %	95,0 %
freie Säuren	0,01 %	0,03 %	0,03 %	0,05 %	0,03 %	0,05 %	0,05 %
Olefine n.							
Hydrierzahl	62 %	57 %	55 %	54 %	43,5 %	32,0 %	
n.Jodzahl (Hanus)	63 %	56 %	50 %	49 %	41,3 %	30,7 %	63 %
Sauerstoff	4,63 %	5,72 %	6,67 %	5,42 %	5,05 %	2,25 %	6,56 %

Vers. Nr. 731

Tafel 11

U-Ofen 6
14.8.1941Produkt aus Rührschaumofen.

Kontakt P 2 (Eisenrot-Kontakt) Temp. 250° 20 At.

Produkt vor der Destillation mit 5% KOH entsäuert und 4 x nachgewaschen.

	a	b	c	d	e	f	g
Fraktion	- 100°	100-150°	150-200°	-100°/8mm	-150°/8mm	-200°/4mm	>200°/4mm
Anteil	20,6 %	5,9 %	16,9 %	6,1 %	10,8 %	15,7 %	24,2 %
	Benzin 43,4 /			Mittelöl 32,5 %			
Molgewicht	81	97	115	140	180	237	445
freie Alkohole	3,5 %	9,9 %	13,0 %	12,0 %	11,0 %	8,2 %	5,2 %
Veresterte Alkohole	0,7 %	0,8 %	1,2 %	1,7 %	3,0 %	6,2 %	8,2 %
Gesamt-Alkohole	4,2 %	10,7 %	14,2 %	13,7 %	14,0 %	14,4 %	13,4 %
Aldhyd+Ketone	3,6 %	2,6 %	3,9 %	4,1 %	3,7 %	2,9 %	95,0 %
freie Säuren	0,04 %	0,5 %	1,2 %	0,9 %	1,4 %	0,7 %	2,5 %
Olefine							
n. Hydrierzahl	69 %	61,5 %	60,0 %	62,0 %	54,5 %	55,0 %	
n. Jodzahl (Hanus)	70,5 %	60,5 %	59,0 %	63 %	56,3 %	59,5 %	44,0 %
Sauerstoff	3,02 %	3,94 %	4,01 %	2,91 %			