

TITLE PAGE

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

Comparative analysis of the products from the gas and emulsion phase synthesis at different temperatures.

F. amo Nos: 825 - 836

22

Vergleichende Produktuntersuchung  
der Produkte aus der  
Gasphase- und Sublimationsmethode  
bei verschiedenen Temperaturen

Tafel 1	Spezialprodukt aus Leuna ohne Vorbehandlung	
Tafel 2	Spezialprodukt aus Leuna vor der Destillation entsäuert	
Tafel 3	Produkt aus gasförmigen Gasphasen Temp. 195° Versuchsbedingungen wie 1 (Leuna) ohne Vorbehandlung	
Tafel 4	Produkt aus gasförmigen Gasphasen Temp. 195° Versuchsbedingungen wie 2 (Leuna) vor der Destillation entsäuert	
Tafel 5	Produkt aus Sublimationsrohr Durchlauf Temp. 195° ohne Vorbehandlung	
Tafel 6	Produkt aus Sublimationsrohr geringe Verweilzeit Temp. 195° ohne Vorbehandlung	
Tafel 7	Produkt aus Sublimationsrohr geringe Verweilzeit Temp. 195° vor der Destillation entsäuert	
Tafel 8	Produkt aus Rührschmelzen Temp. 210° ohne Vorbehandlung	
Tafel 9	Wiederholung von 8	
Tafel 10	Produkt aus Rührschmelzen Temp. 210° vor der Destillation entsäuert	
Tafel 11	Produkt aus Rührschmelzen Temp. 240° 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 Untersuchungen unserer Ergebnisse der Synolprodukte aus Leuna abzuwarten.

Es wurde Originalprodukte und vor der Destillation entalkoholte 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 entalkoholt.

Nach unseren Untersuchungen sind die Unterschiede nicht sehr erheblich, vermutlich, weil ein Teil der Alkohole bei den Nachwaschungen verloren gehen. 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 Mittelblfraktionen ist im Leunaprodukt im Mittel 15 % 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 Entäuerung des Produkts.

Der Gesamt-Alkoholgehalt ist im Leunaprodukt 29 % im Fischeröfen 35 % im Gasumwälzöfen bei langer Verweilzeit 24 % kurze Verweilzeit 22 % und 29 % nach vorausgehender Entäuerung.

Vorläufig kann man also sagen:

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

Die Produkte aus den Rührschaumöfen bei 210° enthalten vor der Entsäuerung 12 % freie Alkohole 29 % Gesamt-Alkohol 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 Cynolprodukt aus Leuna.

Vers.Nr. 717  
Leuna Produkt  
21.5.1941

Tafel 1

Synolprodukt aus Leuna.  
Produkt ohne Vorbehandlung.

	a	b	c	d	e	f	g	h
Fraktion	-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	0,8 %	0,6 %	0,6 %	0,1 %	0,1 %	0,1 %	0,3 %	-
Olefine	-	-	-	-	-	-	-	-
n-Eydriernzahl	44,8 %	50,5 %	21,8 %	27,2 %	23,4 %	19,0 %	13,7 %	9 %
n-Jodzahl (Hanus)	51,0 %	50,5 %	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
Anteil	-100°	100-150°	150-200°	-100°/3mm	-150°/2mm	-200°/2mm	-250°/2mm	Rückstand
	27,4 %	15,3 %	12,7 %	7,8 %	15,8 %	10,3 %	4,7 %	5 %
	Danzin 33,1 %			Mischung 53,0 %				
Molegewicht	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 %	20,0 %	41,0 %
Gesamt-Alkohole	24,3 %	24,7 %	29,0 %	33,1 %	36,5 %	34,7 %	41,5 %	52,5 %
Aldehyde/Ketone	24,8 %	16,5 %	8,3 %	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 %	

Vers. Nr. 716  
 U-Cifen 2  
 20.5.1941

Tafel 5

Produkt aus Gasunwälzofen

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

	a	b	c	d	e	f	g	h
Fraktion	-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 39,4 %			Mittelöl 38,8 %				
Holzgewicht	74	91	123	462	193	246	292	560
freie Alkohole	19,4 %	27,5 %	24,1 %	13,0 %	13,2 %	9,4 %	16,7 %	15,0 %
veresterte Alkohole	1,2 %	2,0 %	3,5 %	6,0 %	7,2 %	8,5 %	15,0 %	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 %	2,8 %	3,1 %	6,6 %	25,0 %
freie Säuren	0,6 %	6,1 %	4,9 %	0,8 %	0,5 %	0,3 %	0,4 %	0,6 %
Olefine								
n-Hydrierzahl	46 %	39 %	47 %	48 %	34 %	21 %	28 %	6,5 %
n-Jodzahl (Ramus)	53 %	38 %	47 %	42 %	34 %	28 %	39 %	41 %
Sauerstoff nicht bestimmt.								

Verb. Nr. 724  
U-Ofen 2  
25.6.1941

Tafel 6

Produkt aus Gasumwälzofen.

Kontakt: Schmelzkontakt (Leuna) Temp. 195° 20 At.  
ca 20 % Gassuberte 0,2 Leitung geringe Verweilzeit.  
Produkt ohne Vorbehandlung.

Fraktion	a	b	c	d	e	f	g	h	i
Anteil	-100°	100-150°	150-200°	-100°/2mm	-150°/2mm	-200°/2mm	-250°/2mm	-275°/2mm	Rückstd
	16,2 %	16,4 %	13,2 %	8,4 %	10,4 %	8,0 %	5,9 %	2,4 %	19,5 %
	Benzin 45,8 %			Mittelöl 32,8 %			feste Anteile 22,0 %		
Molgewicht	79	90	127	173	198	244	283	327	700
freie Alkohole	47 %	50 %	28 %	29 %	18,0 %	8,7 %	16,0 %	15,4 %	11 %
veresterte Alkohole	1,3 %	1,6 %	3,5 %	6,5 %	11,0 %	15,5 %	15,0 %	13,9 %	23,4 %
Gesamt-Alkohole	44,3 %	31,6 %	31,5 %	35,5 %	29,0 %	24,0 %	31,0 %	29,3 %	34,4 %
Aldehyde+Ketone	7,3 %	7,3 %	4,4 %	3,8 %	3,8 %	3,7 %	4,5 %	5,6 %	19,0 %
freie Säuren	0,5 %	3,6 %	2,0 %	0,3 %	0,2 %	0,2 %	0,2 %	0,3 %	0,5 %
Olefine									
n-Hydrierzahl	53 %	41 %	44,5 %	42,5 %	34,5 %	30,0 %	14,5 %	18,4 %	-
n-Jodzahl (Ramus)	59 %	42,5 %	44,5 %	51,0 %	42,5 %	38,0 %	33,6 %	35,6 %	45 %
Sauerstoff	6,7 %	8,6 %	7,8 %	5,0 %	4,7 %	3,6 %	3,4 %	3,3 %	2,9 %



Vers. Nr. 728  
 U-Ofen 7  
 28.7.1941

Produkt aus Gasurwälzofen.

Tafel 7

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	708	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 %	2,7 %	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 %	0,0 %
Olefine								
n-Hydriernzahl	65 %	59 %	46 %	46 %	58 %	23,5 %	45 %	13 %
n-Jodzahl (Hanus)	65 %	52 %	34,5 %	35,5 %	20 %	20 %	20 %	48 %
Sauerstoff	4,2 %	5,6 %	7,2 %	6,0 %	5,3 %	2,8 %	2,3 %	1,7 %

Vers. Nr. 720  
 D. 1. Feb 5  
 4. 6. 1941

Tafel 2

Produkt aus Rührschaumofen.

Kontakt: Pulver-Schmelzkontakt (Lenna) 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 <sup>(*)</sup>	g Rückstand
Anteil	10,5 %	5,1 %	10,1 %	6,2 %	12,9 %	47,0 %	9,1 %
	Benzin	28,7 %		Mittelöl	71,4 % <sup>(*)</sup>		
Molekulargewicht	80	91	117	133	175	239	440
freie Alkohole	17,5 %	15,2 %	18,3 %	22,6 %	23,8 %	14,8 %	7,3 %
veresterte Alkohole	2,3 %	3,0 %	6,5 %	9,4 %	14,3 %	17,0 %	35,0 %
Gesamt Alkohole	19,8 %	18,2 %	24,7 %	31,7 %	38,1 %	31,8 %	42,3 %
Aldehyde + Ketone	14,0 %	9,2 %	10,9 %	9,4 %	7,0 %		3,0 %
freie Säuren	0,7 %	6,2 %	3,4 %	0,5 %	0,4 %	0,1 %	0,0 %
Olefine							
Hydroperoxyd	47 %	30 %	39,6 %	35,8 %	30,0 %	27,5 %	
Wasser (Nachs)	46 %	34 %	37 %	35 %	33,7 %	29,7 %	24,5 %
and. Stoff	11,16 %	13,6 %	10,46 %	7,49 %	6,52 %	4,53 %	6,27 %

Die Wasseranteile dieser Fraktion erklärt sich durch eine teilweise Zersetzung des Oxygensulfids.  
 Versuchsreihe ist nach längerer Laufzeit wiederholt. Vers. Nr. 725

Vers. Nr. 725

U-Ofen 5

28.6.1941

Tafel 9

Produkt aus Rührschaumofen.Kontakt: Pulver-Schmelzkontakt (Stuna) Temp.  $200^{\circ}$  20

Versuchswiederholung von Vers. 720 nach 5 Wochen Laufzeit.

Produkt ohne Vorbehandlung.

Fraktion	-200 <sup>o</sup>	a -100 <sup>o</sup> /2mm	b -150 <sup>o</sup> /2mm	c -200 <sup>o</sup> /2mm	d >200 <sup>o</sup> /2mm
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 %	5,0 %	13,4 %
veresterte Alkohole		15,0 %	24,0 %	10,5 %	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 %	5,7 %	2,0 %	48,0 %
Olefine					
n-Halogenzahl		39,0 %	27 %	15,2 %	
n-Jodzahl (Nanus)		43,0 %	34 %	26 %	58 %
Sauerstoff		6,52 %	5,66 %	4,10 %	5,25 %

Vers. Nr. 730  
 U-Ofen 3  
 4.8.1941

Tafel 10

Produkt aus Rührschamofen.

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
Anteil	-100°	100-150°	150-200°	-100°/1mm	+150°/1mm	-200°/1mm	>200°/1mm
	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 %	16,6 %	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  
14.8.1941

## Produkt aus Rührschraufmofen.

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 %	15,9 %	6,1 %	10,8 %	15,7 %	24,2 %
	Benzin 43,4 /			Mittel 161 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 %
Aldehyd+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 %	51,5 %	60,0 %	62,0 %	54,5 %	55,0 %	-
n-Jodzahl (Ramus)	70,5 %	60,5 %	59,0 %	63 %	56,3 %	59,5 %	44,0 %
Sauerstoff	3,02 %	3,94 %	4,01 %	2,91 %	-	-	-