

BAG Target

2463 - U/4. C3

Synthese der Fettsäureester und Fettsäuren.

(Bericht Dr. KRÖPER vom August 1940 bis Dezember 1941)

Im letzten Bericht waren als Katalysatoren hauptsächlich Nickeljodid und -bromid sowie metallisches Nickel in Verbindung mit Schwermetalljodiden ohne Träger in diskontinuierlicher Arbeitsweise zur Synthese der Fettsäureester beschrieben. Als Ausgangsmaterial wurde vorwiegend Oktadecylen verwendet.

Die weiteren Arbeiten sollten sich auf die Entwicklung der jodfreien Katalysatoren, sowie der Trägerkatalysatoren und der diskontinuierlichen Arbeitsweise erstrecken.

A) Diskontinuierliche Versuche.I. Fettsäureester.

## a) Kupferjodid als Katalysator.

1.) Ohne Träger mit  $\text{CuJ}$  als Katalysator bei Gegenwart von Raney-Nickel konnten Ausbeuten bis zu 93% erreicht werden. Eine Steigerung der  $\text{CuJ}$ -Menge über 1,2% (ber. auf Olefin) bringt keine Steigerung der Ausbeuten mit sich, sondern eher eine Verschlechterung.<sup>1)</sup> Der Zusatz von Sauerstoff in geringen Mengen beeinflusst die Reaktion nicht, auch nicht bei Gegenwart von  $\text{V}_2\text{O}_5$ .<sup>2)</sup>

Bei 60% der Versuche lagen die Umsätze zwischen 82 - 93,5%. Ni-phosphat<sup>3)</sup> und  $\text{CuJ}$  ergibt nur sehr geringe Umsätze. Ni-borat<sup>3)</sup> ergibt mit  $\text{CuJ}$  einen Umsatz von 82%. Das Ni-borat wird unter Bildung von  $\text{Ni}(\text{CO})_4$  zersetzt. Jodsäure wird unter Jodausscheidung zersetzt und ergibt einen Umsatz von 78% (Wirkung von  $\text{NiJ}_2$ ).

Die Bildung von freier Fettsäure neben Ester konnte nicht verhindert werden. Bei Verwendung von Äthanol liegt das Verhältnis von Fettsäureester zu Fettsäure etwa zwischen

1) Tab. 1 und 2.  
2) Tab. 2, Vers. 1274 und 1275.  
3) Tab. 1, Vers. 1165 und 1169.

86-78% : 14-25%. Bei Verwendung von Methanol etwa umgekehrt. Die Nebenreaktion der Bildung von Propionsäure bzw. Propionester lag in der Größenordnung von 25-30% des angewandten Alkohols, davon waren nur etwa 10% in Form freier Säure vorhanden.

2.) CuJ und Ni auf Träger aufgebracht.

Bringt man CuJ und Ni auf Trägersubstanzen auf, so zeigt sich, dass die Ausbeuten etwa die gleichen sind.

Bei Verwendung von Kieselsträngen betragen die besten Umsätze 70-95%, jedoch mit starken Schwankungen. Ein Zusatz von Zn hatte keine aktivierende Wirkung<sup>4)</sup>. Mit fallendem Ni-Gehalt verringert sich der Umsatz<sup>5)</sup>. Kieselgel bewährte sich besser als Trägersubstanz, ebenso Tierkohle<sup>6)</sup>. Es wurden Ausbeuten zwischen 80-95% erreicht. Verwendet man CuJ auf Kieselgel bei Gegenwart von R.Ni, so erhält man schlechtere Umsätze<sup>7)</sup>. Bimsstein ergab eindeutig schlechtere Ausbeuten, es entstand jedoch fast reiner Ester und wenig freie Propionsäure<sup>8)</sup>.

Das Verhältnis von Fettsäureester zu freier Fettsäure blieb etwa das gleiche wie bei den Versuchen ohne Trägersubstanz. Das gleiche gilt für die Bildung von Propionsäure bzw. Propionsäureäthylester.<sup>1)</sup> Die Versuche in kleinen Schüttelbomben (~~in den Tabellen: angewandte Menge 75 g~~) ergaben stets schlechtere Umsätze als in Rollbomben. Bei mehrmaliger Verwendung von Kupferjodür zeigte sich, dass dieses allmählich an Jod verarmte<sup>9)</sup>.

Bei diesen Versuchen wurde eine Reaktionstemperatur von 270° und Drucke von etwa 200 Atm. angewandt.

b) Kupferbromür.

Auch mit Kupferbromür<sup>10)</sup> wurden Ausbeuten bis 90% erreicht, wobei allerdings die Hauptmenge des CuBr unter Ausscheidung von metallischem Kupfer zersetzt wurde.

- 4) Tab. 4, Vers. 1344.  
5) Tab. 4, Vers. 1360.  
6) Tab. 4.  
7) Tab. 4, Vers. 1064, 1069, 1087, 1109.  
8) Tab. 5, Vers. 1223.  
9) Tab. 3, Vers. 1341.  
10) Tab. 3.

+) (S.a. Ber. Dr. SCHLENK, S. 3)

-/-

c) Kupferchlorür als Katalysator.

CuCl mit R.Ni ohne Träger<sup>11)</sup>.

Es wurden etwa die gleichen Umsätze erzielt, wie bei Verwendung von CuJ (Höchstausbeute: 89,3%). Die Anwendung von Methanol führte zu den gleichen Ergebnissen wie Äthanol. Der grösste Teil des Kupferchlorürs war jedoch unter Bildung von metallischem Kupfer zersetzt. Das Verhältnis von Fettsäureester zu Fettsäure betrug etwa 83:17% bei Verwendung von Methanol<sup>12)</sup>.

d) Silberjodid.

Die Verwendung von Silberjodid<sup>13)</sup> in Verbindung mit R.Ni führte zu etwas schlechteren Umsätzen (50-78%). Silberjodid scheint jedoch etwas stabiler zu sein.

Die in obigen diskontinuierlichen Versuchen erprobten Katalysatoren von CuJ und CuCl mit Ni auf Träger wurden zur Synthese von Estern auch in Rieselöfen ausprobiert. (Siehe Teil II).

II. Synthese der freien Fettsäure.

Die günstigen Ergebnisse bei der Synthese der Ester mit Metallcarbonylen waren der Anlass, das Verfahren auf die Darstellung der freien Säuren zu übertragen.

a) CuJ und CuCl.

1.) Versuche mit Oktadeoylen<sup>14)</sup>.

Sowohl mit CuJ und R.Ni wie mit den entsprechenden Katalysatoren, welche CuJ und Ni auf Kieselsträngen enthalten, wurden Umsätze bis zu 95% erreicht.

Die Reaktionstemperatur wurde auf 285-290° erhöht. Es wurden stets 100 Atm.CO aufgepresst und die Bombe dann auf Reaktionstemperatur erhitzt, sodass bei 290° der Druck etwa 200 Atm.CO beträgt. Der Partialdruck des Wasserdampfes bei dieser Temperatur beträgt 76 Atm., sodass sich ein Druck von ca. 276 Atm. einstellen musste,<sup>+) falls keine CO-Aufnahme er-</sup>

11) Tab. 6.

12) Tab. 6, Vers.1279.

13) Tab. 2.

14) Tab. 7.

+) ohne Berücksichtigung der Bildung von Ni(CO)<sub>4</sub> und Löslichkeit,

-/-

folgt. Bei geringem Jodgehalt waren die Umsätze schlecht<sup>15)</sup>.  
Zusatz von Na-Seife der "Oktadecylen-Fettsäure" ergab eine  
Verschlechterung des Umsatzes<sup>16)</sup>.

2.) Versuche mit Crackolefin<sup>15)</sup>.

CuJ und Ni auf Kieselsträngen.

Anstelle von Oktadecylen wurde später ausschliesslich Crackolefin verwendet. Die Umsätze sind sowohl auf das eingesetzte Öl wie auf die in diesem Öl enthaltenen Olefine berechnet, sie bewegten sich in gleicher Höhe wie bei Oktadecylen. Höchstumsätze 90-95%. Mit niederem CO-Druck erfolgt nur geringe CO-Aufnahme<sup>17)</sup>. Der Zusatz von Cr<sub>2</sub>O<sub>3</sub> (0,7%) brachte keine Steigerung der Ausbeute. Der Werkstoff des Autoklaven war ohne Einfluss auf den Umsatz.

CuCl und Ni.

~~CuCl auf Kieselsträngen mit R.Ni sowie CuCl und Ni auf Kieselsträngen ergaben gute Umsätze an Fettsäuren, teilweise bis 86 und 94%. Bei wiederholter Verwendung des Katalysators sank dessen Aktivität, welche wieder durch Zugabe von Ni und Cl erreicht wurde<sup>18)</sup>.~~

Auch CuCl<sub>2</sub> mit R.Ni ergab einen Umsatz von 75%<sup>19)</sup>.

b) Ersatz des Jods durch NH<sub>4</sub>Cl.

Die günstigen Ergebnisse bei Verwendung von CuCl und R.Ni legten den Gedanken nahe, mit Cu und Ni in Gegenwart halogenhaltiger Stoffe, wie NH<sub>4</sub>Cl und Halogenkohlenwasserstoffen, die Katalyse auszuführen. Ni und Ni(CO)<sub>4</sub> ergeben sowohl mit und ohne Zusatz von Cu günstige Umsätze (72-89%)<sup>20)</sup> mit NH<sub>4</sub>Cl.

Bei den Versuchen mit Trägerkatalysatoren wurde der Zusatz von Cu trotzdem beibehalten, um eine Fixierung des Halogens und eine Stabilisierung der katalytischen Wirksamkeit zu erreichen. Die Haltbarkeit der Katalysatoren ist abhängig von der vorhandenen Nickelmenge. Die Art des Trägers ist im wesentlichen ohne Einfluss auf den Umsatz, soweit es sich um Kieselstränge und

-/-

- 15) Tab. 7, Vers. 1377, 1379.
- 16) Tab. 7, Vers. 1400.
- 17) Tab. 8, Vers. 1427.
- 18) Tab. 9, Vers. 1448, 1456, 1480-1489, 1496.
- 19) Tab. 9, Vers. 1461.
- 20) Tab. 10.

Kieselgel handelt.

2403 - U/4, C3

Bei etwa 4maliger Verwendung sinkt die Ausbeute rasch ab; durch Zufuhr von etwa 2% Ni(CO)<sub>4</sub> (ber.auf Olefin, entsprach ca. 0,7% Ni) kann die Ausbeute konstant gehalten werden<sup>21)</sup>. Man kann Kupfer auch allein auf den Träger verwenden und Ni(CO)<sub>4</sub> zusetzen<sup>22)</sup>.

Wird der gleiche Versuch mehrmals mit 2% Ni(CO)<sub>4</sub> versetzt, so kann die Ausbeute bis auf 92% gesteigert werden.<sup>23)</sup> Daraus ergibt sich, dass eine Führung des gasförmigen Ni(CO)<sub>4</sub> im Kreisgas beim kontinuierlichen Verfahren zu praktisch quantitativen Ausbeuten führen muss.

Die Einwirkung von Fremdgasen ergab folgendes Bild:

Bei Zusatz von CO<sub>2</sub> (10%) zum Kohlenoxyd tritt ein Abfall der katalytischen Wirksamkeit nach 6maliger Verwendung des Katalysators ein. Das gleiche Bild ergibt die Mitverwendung von Wasserstoff (10%). Hingegen sinkt bei Verwendung von nur 5% Luft im CO = 1% Sauerstoff der Umsatz <sup>schon</sup> nach zweimaliger Verwendung fast auf 0.<sup>24)</sup>

Zugabe von Ni(CO)<sub>4</sub> ergibt praktisch wieder die alte Wirksamkeit. Die Vermeidung von Sauerstoff und sauerstoffhaltigem Wasser ist also wichtig.

~~c) Der Ersatz von NH<sub>4</sub>Cl durch Halogenkohlenwasserstoffe, wie Methylenchlorid, Tetrachlorkohlenstoff und Hexachloräthan, brachte etwa die gleichen Ergebnisse wie die Verwendung von NH<sub>4</sub>Cl. Die Wirkung der Katalysatoren nahm jedoch schneller ab.~~

Die Verwendung von ca. 3% Ammoniumseife (aus Crackolefin-Fettsäure und NH<sub>3</sub><sup>25)</sup>) beeinflusste die katalytische Wirksamkeit weder in günstigem noch in schlechtem Sinne.

d) Synthese der Fettsäure ohne Halogenzusatz.

Beim weiteren Arbeiten zeigte es sich, dass bei der Synthese der freien Fettsäure das Halogen vermieden werden kann.<sup>+</sup>) Im Gegensatz zu den bisherigen Versuchen verläuft die Synthese der Fettsäureester in Abwesenheit von Halogen wesentlich träger. Schon beim

21) Tab. 10, 11, 12 und 14.      +) (S.a.Ber.Dr.SCHLENK, S.3)  
22) Tab. 15.  
23) Tab. 12, Vers.1617, 1622, 1625, 1627, 1696, 1701, 1710;  
Tab. 14, Vers.1714, 1720, 1726.  
24) Tab. 15.  
25) Tab. 16.

Ersatz des Jods durch Chlor erhält man bei der Ester-Synthese wesentlich schlechtere Umsätze<sup>26)</sup>. Wahrscheinlich bildet sich bei der Synthese der freien Fettsäure in Gegenwart von Wasser fettsaures Nickel, welches dann die Rolle des Katalysators übernimmt. Die Bildung von fettsaurem Nickel ist beim wasserfreien Arbeiten, z.B. in Alkohol, wesentlich geringer.

Die besten Katalysatoren sind die gleichen, wie bei Verwendung von  $\text{NH}_4\text{Cl}$ , sodass die katalytische Wirksamkeit des letzteren nur wenig ins Gewicht fällt.

- 1.) Ni-acetat eignet sich ganz ausgezeichnet als Katalysator und ergibt etwa 89% Umsatz<sup>27)</sup>.
- 2.) Ni-metall aus Carbonyl in Mengen von 4% ergibt sehr schwankende Umsätze (Höchstumsatz 91%, mittlere Umsätze zwischen ca. 50-70%<sup>28)</sup>.
- 3.)  $\text{Ni}(\text{CO})_4$  in Mengen von 4,0% (= 1% Ni-metall auf das Olefin berechnet) zeigt zwar ebenfalls starke Schwankungen, doch liegen hier die Ausbeuten schon wesentlich höher, obwohl der Zusatz von Ni gegenüber den Versuchen mit Nickel nur etwa 25% beträgt.<sup>29)</sup> Bei 21 Versuchen mit 4%  $\text{Ni}(\text{CO})_4$  lagen bei 4 Versuchen die Umsätze zwischen 87,5 - 99% (effektiv 85 bis 97%), bei 5 Versuchen zwischen 70-83%, bei 6 Versuchen zwischen 50-70%, für den Rest darunter.
- 4.) Auch mit Ni auf Träger (Kieselgel) mit Cu und Chrom wurden gute Umsätze erzielt (Höchstausbeute 90%)<sup>30)</sup>. Bei mehrmaliger Verwendung sank der Umsatz, konnte aber durch Zusatz von  $\text{Ni}(\text{CO})_4$  (2%) wieder verbessert werden. Es ist auffallend, dass auch mit Träger-Katalysatoren, obwohl sie in grösserer Menge angewandt wurden, etwa 4% Ni auf Olefin berechnet, trotz besonders grosser Oberfläche<sup>die Umsätze</sup> im Durchschnitt niedriger lagen als bei den Versuchen mit der um 75% geringerer Ni-carbonylmenge<sup>†)</sup> Auffallend ist die grosse Menge  $\text{CO}_2$  und  $\text{H}_2$  im Restgas, was auf eine starke Konvertierung deutet. Bei Verwendung von Carbonylnickel zeigt sich dieselbe Erscheinung. Im Gegensatz hierzu sind die  $\text{CO}_2$ -Mengen und  $\text{H}_2$ -Mengen bei Verwendung von  $\text{Ni}(\text{CO})_4$  geringer. Die überwiegende Menge  $\text{H}_2$  gegenüber  $\text{CO}_2$  bei den Versuchen mit Träger-Katalysatoren und Carbonyl-

26) Tab. 24.

27) Tab. 18, Vers. 1746.

28) Tab. 19.

29) Tab. 20.

30) Tab. 21.

+ ) (wird im Grossversuch noch geprüft).

nickel erklärt sich durch Wasserstoffentwicklung aus Wasser, Nickel und Fettsäure.

Auch hier zeigte der Zusatz von Wasserstoff und Luft keinerlei Einfluss auf den Umsatz sowohl bei Ni-Metall aus Carbonsyl als auch bei Nickel auf Trägermaterial<sup>31)</sup>.

Die neuesten Beobachtungen zeigen, dass blanke Metalloberflächen die Konvertierung von CO und H<sub>2</sub>O durch Ni(CO)<sub>4</sub> praktisch verhindern, während im Gegensatz hierzu Glasoberflächen die Abscheidung von Ni bedingen und Konvertierung herbeiführen. Metalle, wie z.B. Kupfer, scheinen die Zersetzung des Ni(CO)<sub>4</sub> zu verhindern. Über diese Versuche wird demnächst berichtet.

e) Fettsäure-Synthese mit anderen Metallen.

Wolfram und Molybdän ergeben auch mit CuJ in Abwesenheit von Ni nur geringe Esterumsätze mit Äthanol<sup>32)</sup>. Mit Wasser wurde hingegen ein Umsatz zu Fettsäure von 70% erzielt<sup>32)</sup>. Es scheinen Spuren Ni notwendig zu sein, um die Reaktion zu katalysieren.

Auch Vanadin ergibt mit CuJ aus Crackolefin und Wasser Umsätze von 88%<sup>33)</sup>. Sobald jedoch die Wirksamkeit des Kupferjodürs nachlässt, geht auch der Umsatz zurück. Auch hier scheinen Spuren Ni notwendig zu sein.

Ebenso verhält sich Antimon, mit dem Umsätze bis zu 75% erzielt wurden<sup>34)</sup>.

Über die entsprechenden Versuche mit Wismut wird demnächst berichtet.

Die Versuche mit Nickelamalgam und CuJ ergeben nur mässige Umsätze<sup>35)</sup>.

Ebenso ergibt organisch gebundenes Ni nur geringe Umsätze<sup>36)</sup>.

Versuche mit einer Ni-Legierung in Pulverform, über deren Verwendung in dem anliegenden Bericht von Dr. PISTOR noch näher berichtet wird, ergaben mit NH<sub>4</sub>Cl als Halogenquelle nur 29% Umsatz<sup>37)</sup>.

31) Tab. 22 und 23.

32) Tab. 18.

33) Tab. 17.

34) Tab. 18, Vers. 1845.

35) Tab. 26.

36) Tab. 3.

37) Tab. 14.

f) Versuche mit Kobalt.

Versuche mit R.Co anstelle von Raney-Nickel in gleichen Mengenverhältnissen mit CuJ führten zu wesentlich niedrigeren Umsätzen (ca. 15-20%) sowohl bei der Synthese der Ester als auch der freien Säure<sup>38)</sup>.

Der Zusatz von R.Ni steigerte diese Umsätze. Eine Aktivierung des Ni konnte aber nicht beobachtet werden. Ebenso schlecht erwiesen sich die Träger-Katalysatoren mit Kobalt und CuJ<sup>39)</sup>.

Verwendet man anstelle von CuJ Ammonchlorid und Träger-Katalysatoren oder Kobaltpulver, so sind die Ausbeuten gleichfalls sehr niedrig<sup>39)</sup>.

Lediglich ein Kobalt-Bimsstein-Katalysator ergab mit CuJ einen Umsatz von 42%<sup>40)</sup>.

Kobalt erweist sich als Katalysator für die Fettsäure-Synthese wesentlich schlechter als Nickel. Bei der Synthese der freien Fettsäure ist auch die leichtere Löslichkeit des Kobalts zu Kobaltseifen nachteilig.

g) Versuche mit Eisen.

Metallisches Eisen mit CuJ<sup>41)</sup> ergibt nur geringe Umsätze. Bei Gegenwart von R.Ni sind die Umsätze höher. Es sieht aber so aus, als ob geringe Eisenmengen die katalytische Wirkung des Nickels wesentlich beeinträchtigen. Immerhin konnte mit Silberjodid, R.Ni und Eisen als Katalysator ein Umsatz von 81% erreicht werden<sup>42)</sup>. Auch Eisen setzt sich mit Fettsäuren leicht zu Eisen-seifen um.

h) Es wurden ausser Crackolefinen aus Braunkohlenparaffin auch ein Crackolefin aus TTH-Paraffin sowie Primärolefine von Dr.MICHAEL und Dr.DUFTSCHMID nach dem Verfahren zu Fettsäuren umgesetzt<sup>43)</sup>. Sobald diese Olefine in grösseren Mengen zur Verfügung stehen, sollen die daraus erhaltenen Fettsäuren auf ihre Eignung als Seifenfettsäuren geprüft werden.

38) Tab. 25, Vers.1361, 1364.

39) Tab. 25, Vers.1392, 1394, 1403.

40) Tab. 26, Vers.1433, 1459.

41) Tab. 26, Vers.1355, 1376, 1154, 1164, 1199, 1208, 1224.

42) Tab. 26, Vers.1142.

43) Tab. 29.

-/-



III. Thioester.

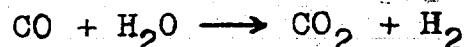
Auch Mercaptane lassen sich mit CO an Olefine zu Thioestern von Fettsäuren anlagern<sup>44)</sup>. Die Isolierung gelang nicht einwandfrei. Doch liess sich die Anwesenheit von Thioestern aus VZ- und S-Gehalt der höhersiedenden Fraktionen sicher errechnen. Die Anlagerung gelang sowohl katalytisch mit R.Ni und CuJ, wie auch stöchiometrisch mit Ni(CO)<sub>4</sub> und NiJ<sub>2</sub> bzw. Eisessig.

IV. Ester mehrwertiger Alkohole.

Glykole bilden mit CO und Olefinen sowohl im stöchiometrischen als auch im katalytischen Verfahren die Ester und Halbest. (Tab.29)

V. Nebenreaktionen.a) Konvertierung CO + H<sub>2</sub>O.

Beim Arbeiten mit Wasser tritt eine Nebenreaktion auf die Konvertierung des CO-Wasserdampfgemisches zu CO<sub>2</sub> und H<sub>2</sub><sup>+)</sup>



ein. Bei der Estersynthese war schon das Auftreten von Wasserstoff durch Dehydrierung von Alkohol beobachtet worden.

Die Frage der Vermeidung dieser Reaktion war praktisch zunächst bei Verwendung trägerfreier Katalysatoren (Ni und Ni(CO)<sub>4</sub>) ziemlich einfach zu lösen. Verwendet man nämlich nur einen geringen Überschuss über die für den stöchiometrischen Umsatz notwendige Wassermenge, so findet man nur Spuren oder sehr geringe Menge CO<sub>2</sub> in den Restgasen bei den diskontinuierlichen Versuchen<sup>45)</sup>. Der Wasserstoffgehalt ist bei allen Versuchen stets höher als der Gehalt an CO<sub>2</sub>, ein Beweis dafür, dass durch Auflösung von Nickel in Fettsäure Wasserstoff entsteht. Bei Verminderung des H<sub>2</sub>O-Überschusses geht die Bildung dieser Wasserstoffmengen zurück (Spuren bis etwa 3%).

Anders verhält es sich, sobald man metallisches Nickel oder Trägerkatalysatoren verwendet, z.B. Ni auf Kieselgel, NiCu auf Kieselgel und NiCuCr auf Kieselgel<sup>46)</sup>. Selbst Ni(CO)<sub>4</sub> in Gegenwart hochaktiver Stoffe fördert die Konvertierung. Der Einfluss der Wassermenge ist dabei ohne Einfluss. (Versuchsergebnisse werden im nächsten Bericht referiert).

44) Tab. 29.

45) Tab. 20, Vers. 1944, 1948, 1949, 1950/1952.

46) Tab. 21 und 19.

+) Siehe Ber. Dr. PISTOR "Synthese der Adipinsäure aus CO und Tetrahydrofuran".

Es wurde auch das Verhalten von Ni-metall aus Carbonyl und  $Ni(CO)_4$  gegenüber Wasser und Wasser-Kohlenoxyd untersucht<sup>47)</sup>.

Carbonylnickel ergibt mit Wasser sowohl mit und ohne CO Kohlen-säure und Wasserstoff. Da ohne CO-Zufuhr die Bildung von  $CO_2$  eintritt, ist wohl anzunehmen, dass im Carbonylnickel noch CO gebunden ist. Raney-Nickel liefert unter gleichen Bedingungen nur Wasserstoff<sup>48)</sup>. Die Menge des Wasserstoffs ist überwiegend, was auf Bildung von Nickelhydroxyd aus Ni und Wasser zurückzuführen ist. Es ist auch anzunehmen, dass Hydrierungsprodukte von CO entstehen.

$Ni(CO)_4$  in Gegenwart von CO und Wasser zeigt geringe Konvertierung. Diese Beobachtung wurde auch bei den Olefinversuchen gemacht.

$Ni(CO)_4$  in Gegenwart von CO ohne Wasser konvertiert stark. Ohne CO-Druck zersetzt sich Nickelcarbonyl zu metallischem Nickel, welches die Konvertierung bedingt.

Zur Vermeidung der Konvertierung muss also die Anwesenheit von metallischem Nickel möglichst vermieden werden. Diese Beobachtungen, über die schon Seite 6 und 7 berichtet wurde, konnten bei den in diesem Bericht beschriebenen kontinuierlichen Versuchen noch nicht verwertet werden.

b) Einfluss des Wasserstoffs auf die Reaktion.

Hydrierung<sup>49)</sup>.

Austräge mit viel Wasserstoff, sowohl aus der Konvertierung stammend als auch absichtlich zugesetzt, wurden auf hydrierte Olefinanteile untersucht. Es zeigte sich, dass eine Hydrierung beim diskontinuierlichen Arbeiten nicht, oder nur in sehr geringem Umfange eintritt. Der aus dem isolierten, nichtumgesetzten Olefin-Paraffingemisch errechnete Olefingehalt ergänzt sich mit dem umgesetzten Teil zu 90-95%<sup>50)</sup>, so dass man nur mit einer geringen Hydrierung zu rechnen hat.

Oxoreaktion.

Der entstehende Wasserstoff kann mit dem überschüssigen CO und dem Olefin unter Bildung von Aldehyden reagieren.

47) Tab. 27.

48) Tab. 27, Vers. 1883.

49) Tab. 28.

50) Tab. 30 und 31.

In diesen Tabellen sind eine Reihe von Versuchen nochmal zusammengefasst um diejenigen Olefinanteile zu erfassen, welche durch Nebenreaktionen verloren gehen.

-/-

Die Berechnung des nichtungesetzten Olefins aus der <sup>2463</sup> 14z. dürfte jedoch diese Vermutung widerlegen. Die Carbonylzahlen der isolierten Fettsäuren sowie Olefin-Paraffinanteile sind gering (5-15% Aldehyd). Die höheren Carbonylzahlen der Destillationsrückstände der zurückgewonnenen Olefinanteile sind auf Sauerstoffeinwirkung bei der Verseifung und Destillation zurückzuführen. Bei Verwendung ausgesprochen konvertierend wirkender Katalysatoren kann jedoch die Oxoreaktion sehr bedeutend sein, vermutlich können dabei auch direkt die entsprechenden Alkohole entstehen. Versuche dieser Richtung werden im nächsten Bericht beschrieben.

### B) Kontinuierliche Versuche.

#### a) Apparatur.

Die Versuche zur kontinuierlichen Herstellung der Fettsäuren durch Anlagerung von CO und H<sub>2</sub>O an Olefine sollten in einem 6 Ltr. Rieselofen vorgenommen werden (s. Abb. I). Auf der Zeichnung sind 2 Rieselöfen gleichen Aufbaus dargestellt.

Olefin und Wasser werden durch je eine Nockenpumpe, CO aus einer Ringleitung unter 200 Atm. über Vorheizer dem Ofenkopf zugeführt. Die Reaktionskomponenten werden über den Katalysator geführt. Am unteren Ende sammelt sich das Reaktionsprodukt in ~~einem gekühlten Abscheider, von welchem das Abgas über einen Kühler abzweigt.~~ Aus dem Sammelabscheider gelangt das Produkt in einen Messabscheider, welcher für sich über den Abgaskühler entspannt werden kann. Das Reaktionsprodukt wird über ein zweites Messgefäß zur Entfernung von Ni(CO)<sub>4</sub>, Alkohol oder H<sub>2</sub>O in eine Destillierkolonne gedrückt.

Beide Öfen sind so hintereinander geschaltet, dass sowohl Abgas als auch Reaktionsprodukt über einen der beiden Öfen drucklos geleitet werden kann, um auch die geringsten Mengen Nickel aus Nickelcarbonyl oder fettsaurem Nickel zurückzugewinnen. Dabei geht das aus dem Messabscheider austretende Produkt über ein Schauglas in den drucklosen Ofen. Das im Abgasabscheider sich ansammelnde Kondensat wird ebenfalls über den drucklosen Ofen geleitet.

Die Beheizung erfolgt elektrisch, die Thermomessung im Ofen durch ein vierteiliges Thermolement. Ofen, Abscheider und Leitungen sind sämtlich aus V<sub>2</sub>A.

b) Katalysatoren.

Es wurden die in diskontinuierlichen Bombenversuchen erprobten Katalysatoren angewandt, sowohl auf die Darstellung der Ester als auch der freien Fettsäuren.

- 1.) CuJ und Ni auf Kieselsträngen.
- 2.) Nickel-, Kupfer-, Chrom-Katalysatoren bei Gegenwart von  $\text{NH}_4\text{Cl}$ .
- 3.) Nickel-, Kupfer-, Chrom-Katalysatoren bei Gegenwart von Halogenkohlenwasserstoffen.
- 4.) Nickel-, Kupfer-, Chrom-Katalysatoren ohne Halogen.
- 5.) Versuche zur Verbesserung des Umsatzes durch Verwendung von Emulsionen, Olefin und Wasser mit Ammoniumseife der Reaktionsfettsäure als Emulgator.
- 6.) CuJ auf Strängen und kontinuierliche Zufuhr von  $\text{Ni}(\text{CO})_4$  und Jod. (Synthese der Ester).

c) Ergebnisse.

Aus den in Abb. III - VIIa graphisch dargestellten Versuchsergebnissen ist folgendes ersichtlich:

- 1.) In keinem Falle wurden die in diskontinuierlicher Arbeitsweise erhaltenen Umsätze erreicht, sowohl bei der Herstellung der Ester als auch der freien Säuren. Die Umsätze sind ferner sehr schwankend und meistens nur bei Beginn des Versuches höher. (Höchstausbeuten 68%).
- 2.) Der Umsatz fällt rapid ab, wenn eine Verarmung des Nickelcarbonylgehaltes des Umsetzungsproduktes und damit des Katalysators bzw. des Reaktionsgases eintritt, oder aber, wenn man die  $\text{Ni}(\text{CO})_4$ -Zufuhr verringert oder einstellt<sup>51)</sup>. Bei Vermehrung der  $\text{Ni}(\text{CO})_4$ -Zufuhr tritt sofort Ausbeutesteigerung ein.
- 3.) Alle Versuche mit Jodiden oder Jodzusatz ergeben höhere Umsätze zu Fettsäure, ein Beweis für die katalytische Wirkung

51) Abb. 3, Vers.  $\text{T}_2\text{A}_2$ ,  $\text{T}_5\text{A}_1$ ,  $\text{T}_3\text{A}_1$ ,  $\text{T}_5\text{A}_2$ ,  
Abb. 4, Vers.  $\text{T}_9\text{A}_2$ ,  
Abb. 5, Vers.  $\text{T}_9\text{A}_1$  ( $\text{Ni}(\text{CO})_4$ -Zufuhr),  
Abb. 7 und 7a, Vers.  $\text{T}_{13}\text{A}_2$ ,  $\text{T}_{15}\text{A}_1$ .

des Jods. Bei Abnahme des Jodgehaltes im Katalysator tritt sofort eine Verringerung des Umsatzes ein. Die Höchstausbeuten mit  $NH_4Cl$  oder  $CH_2Cl_2$  als Halogenspender sind etwa 33%, ohne Halogen<sup>52)</sup> 33%.

- 4.) Zur Aufrechterhaltung der Wirksamkeit des Katalysators war stets die Zufuhr von  $Ni(CO)_4$  notwendig.
- 5.) Versuche, das Öl-Wassergemisch in Emulsionsform zuzuführen, scheiterten an der Instabilität der Emulsionen bei den hohen Temperaturen. Die Emulsionen wurden so hergestellt, dass dem Olefin ca. 6% Fettsäure, wie sie bei der Reaktion anfällt, zugesetzt wurden. Die Hälfte der Fettsäure wurde mit Ammoniak neutralisiert, wobei die nötige Wassermenge mittels eines Hösch-Rührers einemulgiert wurde.
- 6.) Die Herstellung der Katalysatoren ist in Tabellen 32-35 beschrieben.

d) Auswertung der Ergebnisse bei den kontinuierlichen Versuchen.

Die Ursachen für die niedrigen Umsätze dürften in folgenden Tatsachen ihre Erklärung finden:

Die Dampfdrucke der Reaktionskomponenten bei der Reaktionstemperatur sind sehr verschieden:

$p_{Olefin} 285$  ca. 2 atü ;  $p_{H_2O} 285$  76 atü.

Es ist anzunehmen, dass die zugeführte Wassermenge sehr rasch über den Katalysator nach dem kälteren Teil der Apparatur (Abscheider) abwandert. Aus dem Sättigungsdruck des Wassers von 76 atü und des Olefins von 2 atü bei  $290^\circ$  ergibt sich, dass bei einem Rauminhalt des Ofens von 5 Ltr. ca. 180 g Wasser und 33 g Olefin in Dampfform vorhanden sein können, wie aus folgender Berechnung hervorgeht.

Versuche ohne Kreisgas.

Temp.	$p_{H_2O}$	T	g $H_2O/l$	200-p	Vol/Mol.CO	g $H_2O/MolCO$
$290^\circ$	75,92	563	36,09	124,1	0,382	13,8
$20^\circ$	0,0238	293	2,065	200,0	0,124	0,255
<u>p. Öl</u>						<u>g-Olefin/ Mol CO</u>
$290^\circ$	2,0					ca. 2,52

52) Abb. 7, Vers. T<sub>15</sub>A<sub>1</sub>.

0000501

BAG Target

- 14 -

2463 - C/4 C3

$$\text{Vol/Mol CO } V = 22,4 \cdot \frac{T}{273} \cdot \frac{1,03}{200-p}$$

$$\text{Vol. von 1 Mol CO bei } 290^{\circ} = 0,382 \text{ Ltr.}$$

Bei einem Ofeninhalt von 5 Ltr. sind demnach bei  $290^{\circ}$  enthalten  
 $5 / 0,382 = 13,1 \text{ Mol CO}$

Diesen sind beigemischt

$$13,8 \cdot 13,1 = 181 \text{ g H}_2\text{O} \text{ und}$$

$$2,52 \cdot 13,1 = 33 \text{ g Olefin.}$$

Der Zulauf an Öl betrug  $150-400 \text{ cm}^3$ ,  
 der Zulauf an Wasser  $50-150 \text{ cm}^3$  pro Stunde (vereinzelt bis  
 $30 \text{ cm}^3$ ).

Es ergibt sich daraus, dass das zugeführte Wasser in einer gewissen Zeiteinheit bereits als Dampf über den Kontakt nach dem gekühlten Teil der Apparatur gewandert und auskondensiert ist, während das Öl langsam über den Kontakt rieselt. Kurze Berührungsdauer <sup>im</sup> Gegensatz zum Versuch in der Bombe: Dauernde Berührung.

Die Anwendung von Kreisgas brachte keine Besserung, da die Wanderung des Wasser- und Öldampfes nach dem kalten Teil der Apparatur noch rascher erfolgte (Abb. 4, T<sub>8</sub>A<sub>1</sub>). Zum Vergleich seien die entsprechenden Verhältnisse in einer Rollbombe erläutert:

bester Ansatz:  $300 \text{ cm}^3$  Öl (ca. 1 Mol) freier Raum in der Bombe  $600 \text{ cm}^3$

$36 \text{ cm}^3 \text{ H}_2\text{O}$  (2 Mol).

Das Wasser ist hierbei vorwiegend in flüssiger Phase vorhanden und mit dem in flüssiger Phase befindlichen Öl dauernd in Berührung.

Vol von 1 Mol CO bei 200 atü und  $20^{\circ} = 0,124 \text{ Ltr.}$

$20 \text{ Ltr./Std.}$  enthalten demnach  $20/0,124 = 161 \text{ Mol/Std.}$ ;

darin sind

Ni(CO)<sub>4</sub>: Partialdruck bei  $20^{\circ}$   $0,4 \text{ Atm.} = 0,33 \text{ Mol} = 56 \text{ g}$

H<sub>2</sub>O: Bei  $290-20^{\circ} = (13,8 - 0,26) \cdot 161 = 2180 \text{ g/h H}_2\text{O}$ .

Bei  $290^{\circ}$  hat das Olefin einen Dampfdruck von mindestens 2 Atm.,

d.h. 1 Mol CO bei  $290^{\circ}$  enthält ungefähr 2,5 g Öl (Mol. Gew. 250)

also bei  $290-20^{\circ}$  und  $20 \text{ Ltr. Kreisgas} = 2,5 \cdot 161 = 405 \text{ g Öl.}$

Bei 290° wurden also mit 20 Ltr. Kreisgas bei 200 Atm. Gesamtdruck etwa 2180 g Wasser und 405 g Öl pro Stunde nach dem gekühlten Abscheider geführt, sofern dem heissen Teil des Ofens die beiden Komponenten bis zum Sättigungsdruck zugeführt werden.

Daraus ist klar ersichtlich, dass Wasser, welches theoretisch in einer Menge von 7,2 % des Öles benötigt wird, schneller über den Katalysator geführt wird.

Bei einem Ofenquerschnitt von ca. 14 cm<sup>2</sup> errechnet sich eine Gasgeschwindigkeit von

$$\frac{20\ 000}{3\ 600 \cdot 14} = 0,4 \text{ cm/sec.}$$

Aus diesen Zahlen ist ersichtlich, dass mit einer Kreisgasmenge von nur 20 Ltr./h bei 200 Atm. und 290° die zugeführten Öl- und Wassermengen nur in Dampfphase über den Katalysator nach dem Abscheider geführt wurden.

Dem Partialdruck des Nickelcarbonyls entsprechend, musste sich dieses dauernd im Kreisgas befinden, sofern nicht die Gegenwart von Öl eine Veränderung der Dampfdrucke bedingt.

Um die Wirkung der unterschiedlichen Tensionen der Reaktions- teilnehmer auszugleichen, muss das Kreisgas auf die Temperatur des Ofens aufgeheizt werden. Bei einem grösseren Ofen- aggregat müsste die Reaktionswärme durch einen in der Kreis- gasleitung befindlichen Kühler abgeführt werden.

Man erreicht damit, dass über den Katalysator dauernd Öl rie- selt, während darüber ein Gasgemisch konstanter Zusammenset- zung, bestehend aus CO, Wasser, Olefin und Ni(CO)<sub>4</sub> (dem eigentlichen Katalysator) geführt wird.

Das im Abgas enthaltene Ni(CO)<sub>4</sub> wird in einem Abscheider durch thermische Zersetzung drucklos auf einem Träger in Ni und CO zerlegt. Nach einiger Zeit wird das Abgas über einen zweiten Abscheider geleitet, während man das unter 200 atü stehende Frischgas über den ersten Abscheider leitet und das niedergeschlagene Nickel wieder als Ni(CO)<sub>4</sub> dem Ofen zuführt.

Da bei der Betrachtung der Versuche in Rollbomben schwer zu entscheiden ist, ob die Reaktion besser im Riesel- oder im Sumpffverfahren auszuführen sei, wurde <sup>in einer neuen Apparatur</sup> die Möglichkeit beider "Fahrweisen" vorgesehen. Es ist ferner möglich, die Flüssig-

keit im Kreislauf durch einen Injektor über den Katalysator rieseln zu lassen. Durch den Injektor wird das im Ofen befindliche Gasgemisch im gleichen Sinne über eine Kreisgasleitung ohne zusätzliche Pumpe umgewälzt.

100000503

Über die Ergebnisse mit dieser Versuchsanordnung<sup>53)</sup> wird später berichtet.

### Zusammenfassung.

Es wurden Träger-Katalysatoren zur Synthese der Fettsäureester entwickelt, mit dem Ziel, diese für kontinuierliche Arbeitsweise zu verwenden. Ihre Wirksamkeit erwies sich gleich gut wie CuJ oder CuJ mit R.Ni ohne Träger. Es wurden Umsätze bis zu 95% erzielt. Dabei wurde festgestellt, dass die Synthese der freien Fettsäure ebenso glatt verläuft wie die der Ester.

Ferner wurde anstelle von Jod,  $\text{NH}_4\text{Cl}$  und Halogenkohlenwasserstoffe angewandt.

Es zeigte sich schliesslich, dass die Reaktion auch ohne Halogen allein in Gegenwart von carbonylbildenden Metallen durchführbar ist. Auch die Metalle der 8. und 5. Gruppe ergaben mit CuJ beachtenswerte Ausbeuten.

Die diskontinuierlichen Versuche ergaben keine befriedigenden Resultate weder in der Höhe der Ausbeute, noch in der Lebensdauer der Katalysatoren.

Die schlechten Ergebnisse sind zum Teil auf die durch die unterschiedlichen Tensionen bedingten Unterschiede der Verweilzeit der Reaktionskomponenten auf dem Katalysator zurückzuführen, zum anderen Teil darauf, dass die Versuche in der Bombe in flüssiger Phase, im Turm jedoch in Gasphase durchgeführt wurden. Hinzu tritt noch die Nichtmischbarkeit der 3 Phasen  $\text{CO}$ ,  $\text{H}_2\text{O}$  und Olefin. Die Apparatur musste deshalb umgebaut werden.

Eindeutig wurde festgestellt, dass  $\text{Ni}(\text{CO})_4$  der eigentliche Katalysator ist. Ni und Ni auf Träger ergaben schlechtere Umsätze und als Nebenreaktion die Konversion  $\text{H}_2\text{O} + \text{CO} = \text{CO}_2 + \text{H}_2$ , welche bei  $\text{Ni}(\text{CO})_4$  praktisch ausbleibt.

-----  
53) Abb. 2.



Zuletzt wurde festgestellt, dass  $\text{Ni}(\text{CO})_4$  bei Gegenwart von Metalloberflächen (Kupfer, V<sub>4</sub>A) ausgezeichnete Umsätze ohne Nickelabscheidung und Konvertierung ergibt.

*Körper*

Erläuterungen zu den Tabellen.

100000505

Die Berechnung der Ausbeuten an Fettsäure.

Bei der Synthese der Ester wurden die Umsätze direkt ermittelt durch Verseifung des Reaktionsproduktes. Die isolierte Fettsäuremenge wurde auf Olefin umgerechnet, z.B. Mol.Gew. Fettsäure - 46 (H<sub>2</sub>O + CO) = Mol.Gew. Olefin. % Fettsäure. Faktor

$$\left\{ \frac{\text{Mol.Gew. Olefin}}{\text{Mol.Gew. Fettsäure}} \right\} = \% \text{ Olefin.}$$

$$\text{Umsatz} = \frac{\text{Olefin umgesetzt}}{\text{Olefin unverändert} + \text{Olefin umgesetzt}}$$

Nach Ermittlung des unveränderten Olefinanteiles konnte der Umsatz einwandfrei errechnet werden.

Bei Verwendung von Crackolefinen zur Synthese der freien Säuren wurde der Umsatz aus den Konstanten der isolierten Fettsäure errechnet. Damit sollen die Ungenauigkeiten der Berechnung aus der Jodzahl weitgehend vermieden werden. Es wurde zuerst die Jodzahl des Olefin-Paraffingemisches ermittelt.

Nach der Umsetzung wurde die mittlere Säurezahl der isolierten reinen Fettsäure bestimmt. Aus dieser lässt sich umgekehrt die theoretische Jodzahl des reinen paraffinfreien Olefins errechnen, z.B.

$$\begin{aligned} & \text{J.Z. des Olefin-Paraffingemisches } 129 \\ & \text{mittlere V.Z. der Fettsäuren } 262 \\ & \text{ " M.G. " " " } 214 \\ & \text{ " M.G. der entsprechenden Olefine } 214 \cdot 46 \text{ (H}_2\text{O + CO) = 168} \\ & \text{Faktor Olefin/Fettsäure } 0,785. \end{aligned}$$

Da 100 Teile Olefin 254 Teilen Jod (zur Absättigung der Doppelbindung) entsprechen, errechnet sich die Jodzahl des Olefins wie folgt:

$$168 : 254 = 100 : x \quad x = 152.$$

$$\text{(Allgemeine Berechnungsformel für die Jodzahl des paraffinfreien Olefins = } \frac{254 \cdot 100}{\text{Mol.Gew. des Olefins}})$$

%-Gehalt des Olefin-Paraffingemisches an Olefin

$$\frac{\text{J.Z. Öl (ermittelt)}}{\text{J.Z. Olefin (berechnet)}} = \frac{129}{152} = 85,5 \%$$

Daraus ergibt sich auch die S.Z. des vollkommen umgesetzten Crackolefins:

$$\text{V.Z. der reinen Fettsäure } 262 \cdot 0,85 = 224.$$

Unter Zugrundelegung dieser S.Z. als 100%igen Umsatz wurde aus der S.Z. des Umsetzungsproduktes der Umsatz berechnet.

Konstanten der Crackolefine:

J.Z. des Öles ermittelt	V.Z. der Fettsäure ermittelt	M.G. der Fettsäure	M.G. des Olefins	J.Z. des Olefins	Olefingehalt des Öles	Faktor Olefin Fettsäure	V.Z. des total zu Fettsäure umges. Öles
(J.Z.Öl)	(VZ.Fetts.)	(MG.Fetts.)	(MG.Olefin)	(JZ.Olefin)	(% Olefin)	(f Olefin Fettsäure)	(VZ.Fetts. + Paraffin)
114	232,5	240,5	194,5	130,5	87,2	0,809	204
72	204,0	274,0	228,0	111,5	64,6	0,832	132
108	241,0	232,0	186,0	136,5	79,0	0,802	191
126	235,0	238,0	192,0	132,5	95,0	0,807	223
129	262,0	214,0	168,0	151,0	85,5	0,785	224

Z.B. S.Z. der reinen Fettsäure 262.  
 Olefingehalt des Crackolefins berechnet aus J.Z. = 85,5 %.  
 S.Z. bei 100%igem Umsatz  $262 \cdot 0,85 = 223$ .  
 S.Z. des Umsetzungsproduktes = 182.  
 Umsatz (ber.auf Olefin) =  $\frac{182 \cdot 100}{223} = 81,5 \%$ .  
 Umsatz (ber.auf Öl) =  $\frac{182 \cdot 100}{262} = 69,5 \%$ .

<sup>1-7</sup>  
 In den Tabellen sind die effektiven Umsätze von Olefin in Fettsäure angegeben durch gravimetrische Ermittlung der Fettsäuren und deren Umrechnung auf Olefin.

In den Tabellen 8-29 bedeuten die angegebenen Umsätze den Gehalt des umgesetzten Öles an Fettsäure bzw. den Gehalt des in diesem Öl enthaltenen Olefins an Fettsäure nach der Umsetzung. Die effektiven Umsätze sind bei den hohen und niederen Umsetzungen etwa um 2 % niedriger, bei den mittleren Ausbeuten um etwa 4 - 5 %. Man kann die angegebenen Umsätze mit folgender Formel auf die effektiven Umsätze umrechnen:

$$\% \text{ des Öles (bzw. des Olefins)} = \frac{\% \text{ Fettsäure} \cdot \text{Faktor}}{\% \text{ Fettsäure} \cdot \text{Faktor} + \% \text{ Öl (bzw. Olefin) unverändert}}$$

(% unverändert = 100 - Umsatz)

Als Vergleichswerte bei den angegebenen Versuchen genügen jedoch die angegebenen Umsätze bzw. Ausbeute %.

Berechnung des nichtumgesetzten Olefins.

In den nichtumgesetzten Paraffin-Olefinanteilen wird die Jodzahl bestimmt.

Beispiel:

Das Umsetzungsprodukt wird neutralisiert und die 50%ige alkoholische Lösung mehrmals mit Petroläther ausgeschüttelt. Aus der Seifenlösung isoliert man die Fettsäuren a. Die unverseifbaren Anteile b haben z.B. die Jodzahl  $JZ_b$ .

Daraus errechnet sich angewandte Ölmenge

$$a + f = \text{Olefin umgesetzt}$$

$$b = \text{Olefin unverändert} + \text{Paraffin}$$

$$a + f + b.$$

Darin Olefin (a + f + b). % Olefin = Gesamtolefinmenge.

Das unveränderte Olefin errechnet sich aus

$$\frac{b \cdot JZ_b}{JZ_{\text{Olefin}}} = \text{Olefin unverändert in \%} = \frac{\text{Olefin unverändert} \cdot 100}{\text{Gesamtalefin}}$$

Das umgesetzte Olefin errechnet sich, wie oben angegeben, aus der S.Z. des Umsetzungsproduktes oder aus

$$a + f \quad \% \text{ Umsatz ber.auf Olefin} = \frac{a + f \cdot 100}{\text{Gesamtalefin}}$$

BAG Taigt

2463

U/4 (3)

100000507

Datum	Versuch Nr.	Olefin	Katalysator Zusammensetzung / Menge	Zusätze %	Alkohol g	Höchst- druck Atm.	Temp. C	Dauer Stdn.	Olefin in Fettsäure oder Ester umgesetzt %	Fettsäure vorhanden als % Ester	entstehende Säure als angew. Alkoh. ber. als Alkoh. %	entstehender Ester aus Alkoh., ber. als Alkoh. %	Werkstoff des Autoklaven	Bemerkungen
					Cu - Äthanol - P Ni.									
11. 9.40	1077	C <sub>18</sub> (250 g)	CuJ (18,7 g) RNI (12,5 g)		90 Ae.	200	270	35	82,0		4,2			
23. 9.40	1085	C <sub>18</sub> (250 g)	CuJ (18,7 g) RNI (12,5 g)		90 Ae.	200	270	35	82,0		4,2	28,2	V <sub>2</sub> A	
7. 10. 40	1130	C <sub>18</sub> (500 g)	CuJ (37,4 g) RNI (25,0 g)		180 Ae.	200	270	35	75,0		6,6	58,0	V <sub>4</sub> A	
10. 10. 40	1133	C <sub>18</sub> (250 g)	CuJ (18,7 g) RNI (12,5 g)		90 Ae.	200	270	37	88,0	85,9	14,1		V <sub>2</sub> A	
21. 10. 40	1160	C <sub>18</sub> (250 g)	CuJ (18,7 g) RNI (12,5 g)		90 Ae.	200	270		93,5	86,4	13,6	26,5	V <sub>2</sub> A	
23. 10. 40	1165	C <sub>18</sub> (250 g)	CuJ (18,7 g) Ni-Phos-(12,0 g) phat. B. 422 a		90 Ae.	200	270	36	5,0				V <sub>2</sub> A	
24. 10. 40	1169	C <sub>18</sub> (500 g)	CuJ (37,4 g) RNI (25,0 g)		180 Ae.	200	270	17	78,6				V <sub>4</sub> A	
24. 10. 40	1170	C <sub>18</sub> (250 g)	CuJ (18,7 g) Ni-Borat(20,0 g)		90 Ae.	200	270	36	82,0	88,0	12,0		V <sub>2</sub> A	
28. 10. 40	1180	C <sub>18</sub> (500 g)	CuJ (37,4 g) RNI (25,0 g)	Luft	180 Ae.	200	265	29	41,0				V <sub>4</sub> A	
5. 11. 40	1194	C <sub>18</sub> (500 g)	CuJ (37,4 g) RNI (25,0 g)	Luft	180 Ae.	200	230	19	69,0	65,0	35,0		V <sub>4</sub> A	

Datum	Versuch Nr.	Olefin	Katalysator Zusammensetzung / Menge	Zusätze %	Alkohol g	Höchst- druck Atm.	Temp. °C	Dauer Stdn.	Glefin in Fettsäure oder Ester umgesetzt %	Fettsäure vorhanden als % Ester sättig	entstandene Säure aus angew. Alko- hol, ber. als Alkohol %	entstandener Ester aus Alk-hcl, ber. als Alkohol %	Werkstoff des Auto- klaven	Bemerkungen
					CuJ - Äthanol - RNI.									
26.11.40	1244	C <sub>18</sub> (250 g)	CuJ (30,0 g) RNI (25,0 g)		90	200	270	36	93,4	71,0	29,0		V <sub>4</sub>	
30.11.40	1249	C <sub>18</sub> (250 g)	CuJ (37,4 g) RNI (25,0 g)		90	200	270	36	82,5	15,2	7,4		Cu	
3.12.40	1255	C <sub>18</sub> (250 g)	CuJ (37,4 g) RNI (25,0 g)		90 Me.	200	270-290	13	82,5	20,0	80,0	12,3	Cu	
9.12.40	1274	C <sub>18</sub> (250 g)	CuJ (18,7 g) RNI (12,5 g)	5 g V <sub>2</sub> O <sub>5</sub> 5 % Luft	90 Ae.	200	260-280	28	63,5	77,7	22,3		N <sub>8</sub>	
9.12.40	1275	C <sub>18</sub> (250 g)	CuJ (18,7 g) RNI (12,5 g)	5 g V <sub>2</sub> O <sub>5</sub> 5 % Luft	90 Ae.	200	260-280	44	79,0	75,0	24,0		V <sub>2</sub>	
17.1.41	1314	C <sub>18</sub> (250 g)	CuJ (37,7 g) RNI (25,0 g)		90 Ae.	200	270-280	36	92,2		14,0			
17.1.41	1315	C <sub>18</sub> (250 g)	CuJ (37,4 g) RNI (25,0 g)		90 Ae.	200	270	36	86,3					
28.1.41	1323	C <sub>18</sub> (250 g)	CuJ (3,0 g) RNI (25,0 g)		90 Ae.	200	270	16	90,5	70,0	30,0			
13.2.40	1391	C <sub>12</sub> (250 g)	CuJ (3,0 g) RNI (12,5 g)		90 Ae.	200	270	32	60,0	52,5	47,5		Cu	
31.10.40	1187	C <sub>18</sub> (75 g)	RNI (4,0 g)	2 g Jodsäure	Jodsäure 20	200	270	36	78,0				V <sub>2</sub>	
28.8.40	1058	C <sub>18</sub> (250 g)	AgJ (23,0 g) RNI (12,5 g)		90 Ae.	200	270	12	55,8				V <sub>4</sub>	
5.11.40	1195	C <sub>18</sub> (250 g)	AgJ (1,0 g) RNI (25,0 g)		90 Ae.	200	270	36	77,5	87,4	12,6		"	
15.11.40	1215	C <sub>18</sub> (250 g)	AgJ (1,0 g) RNI (25,0 g)		90 Ae.	200	270	4	51,0	65,6	34,4	14,5	"	

100000509

3. Blatt

Datum	Versuch Nr.	Olefin	Katalysator Zusammensetzung / Menge	Zusätze %	Alkohol g	Höchst- druck Atm.	Temp. °C	Dauer Stdn.	Olefin in Fettsäure oder Ester umgesetzt %	Fettsäure vorhanden als % Ester	entstandene Säure aus angew. Alkoh., ber. als Alkohol %	entstandener Ester aus Alkohol, ber. als Alkohol %	Werkstoff des Auto- klaven	Bemerkungen
26. 9.40	1098	C <sub>18</sub> (250 g)	CuBr (18,7 g) RNI (12,5 g)		90 Ae.	200	270	36	77,5				N <sub>8</sub>	
27. 9.40	1102	C <sub>18</sub> (250 g)	CuBr (18,7 g) RNI (12,5 g)		90 Ae.	200	270	35	90,0	69,0	31,0		N <sub>8</sub>	
24. 9.40	1091	C <sub>18</sub> ( 75 g)	CuBr ( 3,0 g) RNI ( 4,0 g)		25 Ae.	200	270	36	46,0				V <sub>2</sub> A	
<u>Organisch gebundener Nickel.</u>														
2. 5.41	1446	Crackolefin (400 g)	5 g Ni Aminophenolat		150 Ae.	211	270	20	5,0				V <sub>4</sub>	Hofer, J. Z. des Olefins 114
5. 5.41	1453	" (400 g)	"		150 Ae.	210	270	20	5,0				"	"
30. 5.41	1520	" (250 g)	5 g Ni-Br Methylbenzoxazol		90 Ae.	202	285	18	22,0				"	"
31. 5.41	1523	" (250 g)	"		90 Ae.	200	270	24	5,0				"	"
<u>CuJ und Ni auf Kiesolsträngen.</u>														
28. 9.40	1108	C <sub>18</sub> ( 75 g)	J 5,5 % Cu 4,6 % Ni 15,7 % K' str.		25 Ae.	200	270	36	10,5				V <sub>2</sub> A	
16.11.40	1218	C <sub>18</sub> (250 g)	J 5,5 % Cu 4,6 % Ni 15,7 % K' str.		90	200	276	36	46,0				Cu	
16.11.40	1226	C <sub>18</sub> (250 g)	J 3,0 % Cu 2,3 % Ni 10,4 % K' gal		90	200	270-278	36	70,0				Cu	
26.11.40	1241	C <sub>18</sub> (250 g)	J 4,0 % Cu 2,7 % Ni 11,3 % K' str.		90	200	270-279	36	86,0				Cu	
12.12.40	1280	C <sub>18</sub> (250 g)	CuJ auf Stränge vernickelt 65 g		90	200	270	36	95,0	11,5	88,5		Cu	
3. 2.41	1341	C <sub>18</sub> (250 g)	Ni 11,2 % Cu 3,4 % J 3,7 % K' str.		90	200	270	36	71,5		1,5	36,0	V <sub>2</sub> A	Kat.gebr. 3,5 K J

Datum	Versuch Nr.	Olefin	Katalysator Zusammensetzung / Menge	Zusätze	Alkohol g	Höchst- druck	Temp. °C	Dauer Stdh.	Olefin in Fettsäure oder Ester umgesetzt %	Fettsäure vorhanden als % Ester Fettsäure als Alkoholester	entstandene Säure aus angew. Alko- hol, ber. als Alkoholester	entstandener Ester aus Alkohol, ber. als Alkoholester	Verkstoff des Auten- klaven	Bemerkungen
<u>CuJ und Ni auf Kieselsträngen.</u>														
8. 2.41	1344	C <sub>18</sub> (250 g)	Ni 4,2 % Cu 1,3 % J 1,8 % Zn 0,2 % 60 g K'istr.		90 Ae.	200	270	36	35,0		1,9	21,0	V <sub>2</sub>	
17. 2.41	1353	C <sub>18</sub> (250 g)	Ni 10,6 % Cu 3,1 % J 4,5 % 60 g K'istr.		90 Ae.	200	270	10	48,8				"	
21. 2.41	1360	C <sub>18</sub> (250 g)	Cu 0,3-0,5 % J 2,0 % Ni ca. 2,0 % 60 g K'istr.		90 Ae.	200	270-280	11	17,0				"	
<u>CuJ auf Kieselgel + R Ni.</u>														
<u>CuJ Ni auf Kieselgel.</u>														
4. 9.40	1064	C <sub>18</sub> (500 g)	Cu 4,2 % J 5,8 % 250 g K'igel	25 g RNI	180 Ae.	200	270	36	32,0				V <sub>4</sub>	
6. 9.40	1069	C <sub>18</sub> (75 g)	wie 1064, 38,5 K'igel	4 g RNI	27 Ae.	200	270	61	20,0				V <sub>2</sub>	
23. 9.40	1087	C <sub>18</sub> (75 g)	Cu 4,2 % J 5,8 % 38,5 g K'igel	4 g RNI	27 Ae.	200	270	36	43,0				V <sub>2</sub>	
30. 9.40	1109	C <sub>18</sub> (75 g)	wie 1087		25 Ae.	200	270	36	50,0				V <sub>2</sub>	
3.10.40	1122	C <sub>18</sub> (250 g)	Cu 4,6 % Ni 15,9 % J 6,8 % 65 g K'igel		90 Ae.	200	270	37	87,5		4,5	10,8	V <sub>2</sub>	
10.10.40	1135	C <sub>18</sub> (75 g)	wie 1122, 20 g K'igel		27 Ae.	200	270	36	49,0				V <sub>2</sub>	
11.10.40	1136	C <sub>18</sub> (75 g)	wie 1122, 20 g K'igel		27 Ae.	200	270	36	25,0				"	
16.10.40	1151	C <sub>18</sub> (250 g)	wie 1122, 65 g K'igel	nicht pulv.	90 Ae.	200	270	36	70,0				"	
22.10.40	1162	C <sub>18</sub> (250 g)	wie 1122, 65 g K'igel		90 Ae.	200	270	36	56,0		0,26	25,0	"	
28.10.40	1179	C <sub>18</sub> (250 g)	Ni 18,2 % Cu 0,7 % J 2,4 % 60 g K'igel		90 Ae.	200	270	36	75,0				"	
31.10.40	1183	C <sub>18</sub> (250 g)	" " " 60 g K'igel		90 Ae.	200	270	36	82,5	16,6	32,5	35,5	"	
11.11.40	1206	C <sub>18</sub> (250 g)	" " " 60 g K'igel		90 Ae.	200	275-280	6	96,0	50,0			"	
12.11.40	1207	C <sub>18</sub> (250 g)	" " " 60 g K'igel	nicht red.	90 Ae.	200	270-275	14	sehr gering				"	
13.11.40	1212	C <sub>18</sub> (250 g)	" " " 60 g K'igel		90 Ae.	200	270-279	13	93,0	42,0			"	

100000511

BAG Target

5. Blatt  
2463 - 0/4 (3)

Datum	Versuch Nr.	Olefin	Katalysator Zusammensetzung / Menge	Zugabe %	Alkohol g	Kochdruck Atm.	Temp. °C	auer Stdn.	Olefin in Fettsäure oder Ester umgesetzt %	Fettsäure vorhanden als % Ester	entstandene Säure aus unges. Alkoholen, ber. als Alkohol g	entstandener Ester aus Alkohol, ber. als Alkohol %	Verkeimung des Aufschlusses	Bemerkungen
Cu J auf Bimsstein + R Ni. Cu J und Ni auf Bimsstein.														
23. 9.40	1088	C <sub>18</sub> ( 75 g)	Cu 5,0 % } 38,5 g RNi 4,0 % } Bimsstein		27 Ae.	200	270	36	26,0				V <sub>2</sub>	
24. 9.40	1089	C <sub>18</sub> ( 75 g)	Kat. 1088		27 Ae.	200	270	36	37,0				"	
27. 9.40	1101	C <sub>18</sub> ( 75 g)	Kat. 1089		27 Ae.		270	36	10,6				"	
5.10.40	1125	C <sub>18</sub> ( 75 g)	Cu 3,8 % } 38,5 g Ni 13,4 % } Bimsstein J 5,0 % }		27 Ae.	200	270	36	38,0				"	
18.11.40	1223	C <sub>18</sub> (250 g)	Kat. 1125, 65 g		90 Ae.	200	270	36	33,5	97,5	2,5	14,0	"	
Ni Cu J auf Tierkohle.														
6.12.40	1265	C <sub>18</sub> (250 g)	CuJ 5,0 % } 65 g Ni 5,0 % } Tierkohle		90 Ae.	200	270-280	36	65,0	75,0	25,0		V <sub>2</sub>	



Datum	Vers. Nr.	Olefin	Katalysator Zusammensetzung / Menge	Zusätze %	Alkohol g	Höchst- druck Atm.	Temp. °C	Dauer Stdn.	Olefin in Fettsäure od. Ester umgesetzt	Fettsäure vorhanden als % Ester	Fettsäure als % Fettsäure	Verkstoff des Auto- klaven	Bemerkungen
25. 9.41	1095	C <sub>18</sub> (250 g)	CuCl (18,7 %) RNI (12,5 %)		90 Ae. Cu, Cl, RNI.	200	270	35	89,3			V <sub>4</sub>	
7. 10.41	1129	C <sub>18</sub> ( " )	CuCl (18,7 %) RNI (12,5 %)		90 Ae.	200	270	36	81,0			V <sub>4</sub>	
10.10.41	1161	C <sub>18</sub> (500 g)	CuCl (38,4 %) RNI (25,0 %)		180 Ae.	200	270	36	45,7			V <sub>4</sub>	
30.11.41	1251	C <sub>18</sub> (250 g)	CuCl (18,7 %) RNI (12,5 %)		90 Ae.	200	270	36	56,0			Cu	
4.12.41	1259	C <sub>10</sub> ( " )	CuCl (18,7 %) RNI (12,5 %)		90 Ae.	200	270	36	74,0			Cu	
4.12.41	1266	C <sub>18</sub> ( " )	CuCl (18,7 %) RNI (25,0 %)	5 % Luft	90 Ae.	200	270	36	69,0			Cu	
13.12.41	1279	C <sub>18</sub> ( " )	CuCl (18,7 %) RNI (25,0 %)		90 Me.	205	275-280	36	74,0	83,0	17,0	Cu	
3. 1.42	1299	C <sub>18</sub> ( " )	CuCl (18,7 %) RNI (25,0 %)		90 Me.	200	280	36	66,0			V <sub>2</sub>	
20.12.41	1290	C <sub>18</sub> ( " )	CuCl (65,0 %) NI	5 % Luft	90 Ae.	200	270	36	63,2			V <sub>2</sub>	

Datum	Versuch Nr.	Olefin	Katalysator Zusammensetzung / Menge	Zusätze %	H <sub>2</sub> O g	Höchst- druck Atm.	Temp. °C	Dauer Stdn.	Aus J.Z. ermittelt: Olefin in Fettsäure umgesetzt %	% des Oeles umgesetzt	% des Olefins in Fettsäure umgesetzt (direkt ermittelt)	Werkstoff des Auto- klavens	Bemerkungen
29. 1.41	1333	C <sub>18</sub> (250 g)	CuJ (18,7 g) RNI (12,5 g)		70	190	290	36			95,5	V <sub>2</sub>	J.2. des Olefins 100
12. 2.41	1351	C <sub>18</sub> ( " )	NI (11,2 %) Cu (4,1 %) 60 g K'istr. J (5,2 %)		72	190	290	36		sehr	95,0	V <sub>2</sub>	" " 100
19. 2.41	1356	C <sub>18</sub> ( " )	NI (10,6 %) Cu (3,1 %) 60 g K'istr. J (4,5 %)		72	200	290	5			52,8	V <sub>2</sub>	" " 100
27. 2.41	1367	C <sub>18</sub> ( " )	NI (11,2 %) Cu (4,1 %) 60 g K'istr. J (5,2 %)		72	200	290	18			56,0	V <sub>2</sub>	" " 100
26. 2.41	1375	C <sub>18</sub> ( " )	NI (10,7 %) Cu (4,0 %) 60 g K'istr. J (3,2 %)		70	250	290	36			52,8	V <sub>2</sub>	" " 100
27. 2.41	1377	C <sub>18</sub> ( " )	NI (12,3 %) Cu (3,6 %) 60 g K'istr. J (0,3 %)		70	280	285-300	22			11,4	V <sub>2</sub>	" " 100
2. 3.41	1379	C <sub>18</sub> ( " )	NI (12,3 %) Cu (3,6 %) 60 g K'istr. J (0,3 %)		70	220-246	290-300	18-20			23,6	V <sub>2</sub>	" " 100
3. 3.41	1382	C <sub>18</sub> ( " )	NI (14,6 %) Cu (4,9 %) 60 g K'istr. J (3,0 %)		70	200	290	36			71,3	V <sub>2</sub>	" " 100
5. 3.41	1383	C <sub>18</sub> ( " )	NI (11,2 %) Cu (4,1 %) 60 g K'istr. J (5,2 %)		70	257	290	20			54,3	V <sub>2</sub>	" " 100
5. 3.41	1385	Crackolefin (250 g)	NI (14,6 %) Cu (4,9 %) 60 g K'istr. J (3,0 %)		70	226	290	24	60,0	52,0	61,5	V <sub>2</sub>	" " 114
26. 3.41	1396	C <sub>18</sub> ( " )	NI (14,6 %) Cu (4,9 %) 60 g K'istr. J (3,0 %)		72	250	285	18	73,0	63,0	75,0	N 8	" " 100
26. 3.41	1400	C <sub>18</sub> ( " )	NI (11,0 %) Cu (3,7 %) 60 g K'istr. J (3,0 %)	Na-Seife (3,5 g)	70	278	285	16			18,0	V <sub>4</sub>	" " 100
14. 3.41	1388	Crackolefin (250 g)	NI (11,0 %) Cu (3,7 %) 60 g K'istr. J (3,0 %)		72	200	290-295	14	88,5	76,5	91,5	Cu	" " 114
14. 3.41	1389	" ( " )	NI (9,1 %) Cu (5,1 %) 60 g K'istr. J (7,1 %)		70	200	290	14	88,0	76,0	90,5	Cu	" " 114

Oktadecylen → H<sub>2</sub>O. / CuJ + RNI und NI und CuJ auf Träger.

100000514

Datum	Versuch Nr.	Olefin	Katalysator Zusammensetzung / Menge	Zusätze %	H <sub>2</sub> O g	Höchst- druck Atm.	Temp. °C	Dauer Stdn.	Aus J.Z. ermitteltes Olefin in Fettsäure umgesetzt %	% des Oeles umgesetzt	% des Ole- fins in Fettsäure umgesetzt (direkt ermittelt)	Wertstoff des Auto- klaven	Bemerkungen
19. 3.41	1390	Crackolefin (250 g)	Ni ( 9,1 %) Cu ( 5,1 %) .60 g K'istr. J ( 7,1 %)	Na-Seife (3,5 g)	72	200	290	13	92,5	80,0	95,5	Cu	J.Z. des Olefins 114
1. 4.41	1405	" ( " )	Cu ( 4,2 %) J ( 5,4 %) 60 g K'istr. Ni ( 5,9 %)	Na-Seife (3,5 g)	70	200	290	7	61,0	52,0	62,5	V <sub>4</sub> A	" " 114
1. 4.41	1406	" ( " )	Kat. 1405	Na-Seife (3,5 g)	70	300	290	42	31,0	27,0	32,5	Cu	" " 114
7. 4.41	1418	" ( " )	vernickelt mit Ni(CO) <sub>4</sub> } 60 g jodiert } K'istr.		70	200	285	15	90,0	78,0	95,0	V <sub>4</sub> A	" " 114
16. 4.41	1424	" ( " )	60 g Kat. Vers. 1389	RNI (5 g)	72	210	285	14	90,5	78,5	93,5	V <sub>4</sub> A	" " 114
16. 4.41	1425	" ( " )	Kat. Vers.1424	RNI (12,5 g)	70	265	285	11	nicht bestimmt			V <sub>4</sub> A	" " 114, Bombe nicht entleert
18. 4.41	1428	" ( " )	Kat. Vers.1425	RNI (5 g)		240	285	24	91,0	79,0	94,0		
16. 4.41	1426	" ( " )	Ni (14,5 %) Cu ( 5,2 %) } 60 g Kiesel J ( 3,1 %) } stränge Cr ( 0,7 %)		72	200	285	10	90,0	78,0	95,0	Cu	" " 114
16. 4.41	1427	" ( " )	60 g Kat. wie Vers.1426 .		70	30 atü CO auf- prosat	290	15	9,0	7,0	9,0	Cu	" " 114
21. 4.41	1429	" ( " )	Ni ( 7,9 %) Cu (-2,3%) -60-g-K'istr. J ( 1,5 %)		70	229	285	17	73,0	63,0	75,5	V <sub>4</sub> A	" " 114
22. 4.41	1431	" ( " )	50-g wie Vers.1429		72	227	285	10	91,5	79,5	95,0	Cu	" " 114
22. 4.41	1432	" ( " )	Kat. Vers.1429	RNI (5 g)	70	216	285	10	62,0	54,0	64,5	V <sub>4</sub> A	" " 114
23. 4.41	1434	" ( " )	Kat. 30. K'istr. vernickelt jodiert (70 g)		70	215	285	12	86,0	75,0	89,5	V <sub>4</sub> A	" " 114
29. 4.41	1440	" (400 g)	Ni (14,5 %) Cu ( 5,2 %) } 80 g K'istr. J ( 3,1 %) Cr ( 0,7 %)		90	250	285	20	85,0	73,0	87,5	V <sub>4</sub> A Hofer	" " 114
29. 4.41	1441	" ( " )	Ni (14,5 %) J ( 3,1 %) } 80 g K'istr. Cu ( 5,2 %)		90	200	285	20	79,0	68,0	81,5	V <sub>4</sub> A Hofer	" " 114
29. 4.41	1442	" ( " )	80 g Kat. wie Vers.1441		90	200	285	20	92,5	80,0	95,5	V <sub>4</sub> A	" " 114
8. 4.41	1456	" (200 g)	Ni (14,5 %) Cu ( 5,2 %) } 50-g K'istr. J ( 3,1 %) Cr ( 0,7 %)		20	216	285	15	66,0	66,0	76,0	Hofer Cu	" " 114

100000515

Datum	Versuch Nr.	Olefin	Katalysator Zusammensetzung / Menge	Zusätze %	H <sub>2</sub> O g	Höchst- druck Atm.	Temp. °C	Dauer Stdn.	Aus J.Z. ermittelt: Olefin in Fettsäure umgesetzt %	% des Olees umgesetzt	% des Ole- fins in Fettsäure umgesetzt (direkt ermittelt)	Werkstoff des Auto- klaven	Bemerkungen
2. 4.41	1410	Creskolefin (250 g)	Cu ( 5,0 %) / Cl ( 1,3 %) 60 g K'istr. Ni (12,1 %)	Ni, Cu, Cl auf Kieselsträngen.	70	210	290	15	65,0	56,0	66,5	V <sub>2</sub> A	J.Z. des Olefins 114
15. 4.41	1422	" ( " )	Ni (12,1 %) / Cu ( 5,0 %) 60 g K'istr. Cl ( 1,3 %)		70	220	290-295	12	77,0	67,0	79,5	V <sub>4</sub> A	" " 114
3. 5.41	1448	" ( " )	Cu ( 5,3 %) / Cl ( 2,1 %) 60 g K'istr. Ni ( 8,5 %) / Cr ( 1,4 %)		70	236	285	12	91,0	79,0	94,0	Cu	" " 114
6. 5.41	1456	" ( " )	Ni ( 9,6 %) / Cu ( 5,1 %) 60 g K'istr. Cl ( 3,2 %)		70	218	285	12	61,0	55,0	63,0	V <sub>4</sub> A	" " 114
7. 5.41	1461	" ( " )	RNi (12,5 %) / CuCl <sub>2</sub> ( 3,0 %)		70	212	285	12	75,0	65,0	77,5	V <sub>4</sub> A	" " 114
15. 5.41	1480	" ( " )	Kat. Vers. 1456		70	220	285	24	65,5	56,5	67,5	Cu	" " 114
15. 5.41	1481	" ( " )	Kat. Vers. 1448		70	200	285	24	63,5	54,5	65,5	Cu	" " 114
17. 5.41	1482	" ( " )	Kat. Vers. 1480		70	252	285	24	30,4	25,5	31,0	Cu	" " 114
19. 5.41	1485	" ( " )	Kat. Vers. 1481		70	200	285	14	61,0	52,5	63,0	Cu	" " 114
19. 5.41	1486	" ( " )	Kat. Vers. 1482	RNi (12,5 %)	70	200	285	23	47,0	39,5	40,8	Cu	" " 114
21. 5.41	1489	" ( " )	Kat. Vers. 1486	NH <sub>4</sub> Cl (10 g)	70	200	285	14	61,0	52,5	63,0	Cu	" " 114
24. 5.41	1495	" ( " )	Cl ( 3,2 %) / Cu ( 5,1 %) 60 g K'istr. Ni ( 9,6 %)		70	200	285	15	70,0	61,0	72,5	V <sub>4</sub> A	" " 114
24. 5.41	1496	" ( " )	ca. 10% CuCl / 60 g K'istr.	RNi (12,5 %)	70	200	285	15	83,5	72,0	86,0	Cu	" " 114
4. 6.41	1529	" ( " )	Cu ( 5,2 %) / Ni ( 9,9 %) 60 g K'istr. Cr ( 2,3 %) / Cl ( ca. 2,0 %)		70	240	285-290	15	51,5	35,0	56,8	V <sub>4</sub> A	" " 72

Datum	Versuch Nr.	Olefin	Katalysator Zusammensetzung / Menge	Zusätze	H <sub>2</sub> O g	Höchstdruck Atm.	Temp. °C	Dauer Stdn.	Aus I. Z. ermittelte Olefin- in Fettlaure umgesetzte %	% des Oeles umgesetzte	Direkt ermittelte Olefin- in Fettlaure umgesetzte %	Verkeimf. des Aufschlaven	BAG Bemerkung
													2463 - U/4 C3
													100000516
													Crackolefin J.Z. 114
27.5.41	1498	Crackolefin (250 g)	Ni(CO) <sub>4</sub> (30 g)	NH <sub>4</sub> Cl (10 g) Cu (3 g)	25	212	285	24	85,0	75,0	88,0	Cu	
27.5.41	1503	" ( " )	Ni(CO) <sub>4</sub> (10 ccm)	NH <sub>4</sub> Cl (10 g) Cu (10 g)	70	232	285	15	72,0	63,0	74,5	V <sub>4</sub> A	
28.5.41	1507	" ( " )	Ni(CO) <sub>4</sub> (5 ccm)	NH <sub>4</sub> Cl (5 g) Cu Plv. (5 g)	70	229	285	15	72,0	63,0	74,5	V <sub>4</sub> A	
13.6.41	1556	" ( " )	Ni (10 g)	NH <sub>4</sub> Cl (10 g) Cu (3 g)	70	200	285	15	79,0	62,0		Cu	Crackolefin J.Z. 108
16.6.41	1560	" ( " )	Kat. 1556	NH <sub>4</sub> Cl (5 g)	30		285	15	32,0	25,0		Cu	
7.5.41	1497	" ( " )	Ni (20 g)	NH <sub>4</sub> Cl (15 g)	100		285	20	64,0	55,0	66,0	V <sub>4</sub> A	Crackolefin J.Z. 114
11.5.41	1474	" ( " )	Ni(CO) <sub>2</sub> (10 g)	NH <sub>4</sub> Cl (10 g)	70	285	285	24	86,5	71,8	89,0	Cu	
14.9.41	1499	" ( " )	Ni(CO) <sub>4</sub> (10 ccm)	NH <sub>4</sub> Cl (10 g)	70	285	285	14	72,5	63,5	75,0	V <sub>4</sub> A	
29.5.41	1512	" ( " )	Ni(CO) <sub>4</sub> (10 ccm)	NH <sub>4</sub> Cl (10 g)	70		285	15	75,0	65,0	77,5	V <sub>4</sub> A	
3.6.41	1526	" ( " )	Ni(CO) <sub>2</sub> (2,5 g)	NH <sub>4</sub> Cl (10 g)	70	225	285	13	38,0	24,5	39,0	V <sub>4</sub> A	
2.5.41	1444	" ( " )	Ni 15% Cu 5% Cr 0,7% auf Kieselstränge 60 g	NH <sub>4</sub> Cl (10 g)	70	204	285	13	76,0	66,0	79,0	V <sub>4</sub> A	
3.5.41	1449	" ( " )	Ni 15% Cu 5% Cr 0,7% auf Kieselstränge 60 g	NH <sub>4</sub> Cl (10 g)	70	200	285	12	72,0	62,5	74,5	V <sub>4</sub> A	
5.5.41	1450	" ( " )	Ni 15% Cu 5% Cr 0,7% auf Kieselstränge	NH <sub>4</sub> Cl (10 g)	70	224	285	10	67,0	58,0	69,5	V <sub>4</sub> A	
7.5.41	1461	" ( " )	Ni 12,5% CuCl <sub>2</sub> (3,0 g) auf Kieselstränge	NH <sub>4</sub> Cl (10 g)	70	235	285	12	75,0	65,0	77,5	V <sub>4</sub> A	
9.5.41	1472	" ( " )	Ni 15% Cu 5% Cr 0,7% auf Kieselstränge 60 g	NH <sub>4</sub> Cl (10 g)	70	235	290	24	26,0	22,0	27,5	V <sub>4</sub> A	
11.5.41	1475	" ( " )	Ni 15% Cu 5% Cr 0,7% auf Kieselstränge 60 g	NH <sub>4</sub> Cl (10 g)	70		285	24	80,5	70,0	83,0	V <sub>4</sub> A	

BAG Target  
2463 - U/4. C3

Datum	Versuch Nr.	Olefin	Katalysator Zusammensetzung / Menge	Zusätze %	H <sub>2</sub> O g	Höchstdruck Atm.	Temp. °C	Dauer Stdn.	Aus I. Z. ermittelte Olefin in Fettsäure umgesetzt %	% des Oeles umgesetzt	Direkt ermittelte Olefin in Fettsäure umgesetzt %	Wertstoff des Auto- klaven	Bemerkungen
16.5.41	1477	Crackolefin (250 g)	Ni 15% ) Cu 5% ) auf Kieselstränge Cr 0,7% ) 60 g	NH <sub>4</sub> Cl (10 g)	70		280	21	86,0	77,0	89,0	V <sub>4</sub> A	Crackolefin J.Z.114
15.5.41	1479	"	Ni 15% ) Cu 5% ) auf Kieselstränge Mn 0,7% ) 60 g	NH <sub>4</sub> Cl (10 g)	70		285	24	73,0	63,0	75,5	V <sub>4</sub> A	100000517
17.5.41	1483	"	Kat. Vers. 1479	-	70		285	24	76,5	66,2	79,0	V <sub>4</sub> A	"
19.5.41	1484	"	Kat. Vers. 1483	NH <sub>4</sub> Cl (10 g)	70		285	14	71,5	62,0	73,5	V <sub>4</sub> A	"
21.5.41	1490	"	Kat. Vers. 1484	Ni(CO) <sub>4</sub> (20 ccm) Ni(CO) <sub>4</sub> (10 ccm) NH <sub>4</sub> Cl (10 g)	70	258	285	16	92,0	80,0	95,5	V <sub>4</sub> A	"
Ni, Cu, Cr auf Kieselsträngen + NH <sub>4</sub> Cl													
6.6.41	1535	"	Ni 15% ) Cu 5% ) auf Kieselstränge Cr 0,7% ) 60 g	NH <sub>4</sub> Cl (10 g)	70	200	265	15	89,0	57,0	92,0	Cu	Crackolefin J.Z.72
7.6.41	1540	"	Kat. Vers. 1535	NH <sub>4</sub> Cl (5 g)	70	200	285	15	72,0	44,0	75,0		
9.6.41	1541	"	Kat. Vers. 1540	NH <sub>4</sub> Cl (5 g)	70	200	285	15	58,0	37,0	61,0	Cu	"
10.6.41	1546	"	Kat. Vers. 1541	NH <sub>4</sub> Cl (5 g)	70	200	285	15	47,0	37,0	49,0	Cu	Crackolefin J.Z.108
10.6.41	1549	"	Kat. Vers. 1546	NH <sub>4</sub> Cl (5 g)	70	200	285	15	42,0	33,0	44,0	Cu	"
16.6.41	1559	"	Ni 15% ) Cu 5% ) auf Kieselstränge Cr 0,7% ) 60 g	NH <sub>4</sub> Cl (10 g)	70	221	285	15	30,0	25,0	31,0	Cu	"
Ni, Cu auf Kieselgel + NH <sub>4</sub> Cl													
16.6.41	1562	"	Ni 15% ) Cu 0,5% ) auf Kieselgel	NH <sub>4</sub> Cl (10 g)	70	200	285	20	80,0	63,0	83,0	Cu	"
18.6.41	1565	"	Kat. Vers. 1562	NH <sub>4</sub> Cl (5 g)	70	200	285	15	73,0	57,0	75,0	Cu	"
20.6.41	1571	"	Kat. Vers. 1565	NH <sub>4</sub> Cl (5 g)	70	200	285	15	60,0	48,0	62,5	Cu	"
20.6.41	1574	"	Kat. Vers. 1571	NH <sub>4</sub> Cl (5 g)	70	240	285	15	64,0	51,0	66,0	Cu	"
23.6.41	1578	"	Kat. Vers. 1574	NH <sub>4</sub> Cl (5 g)	70	264	285	15	4,0	3,0	4,0	Cu	"
24.6.41	1582	"	Kat. Vers. 1578	Ni(CO) <sub>4</sub> (5 ccm) NH <sub>4</sub> Cl (5 g)	70	220	285	15	61,0	48,0	63,0	Cu	"
26.6.41	1588	"	Kat. Vers. 1582	Ni(CO) <sub>4</sub> (5 ccm) NH <sub>4</sub> Cl (5 g)	70	220	285	15	64,0	51,0	66,5	Cu	"
28.6.41	1592	"	Kat. Vers. 1588	Ni(CO) <sub>4</sub> (5 ccm) NH <sub>4</sub> Cl (5 g)	70	240	285	20	70,0	56,0	72,5	Cu	"

Fettäure aus Crackolefin.

Datum	Versuch Nr.	Olefin	Katalysator Zusammensetzung / Menge	Zusätze	H <sub>2</sub> O g	Überdruck atm.	Temp. °C	Deuer Stdn.	Aus I.Z. ermittelte Olefin in Fettsäure umgesetz %	% des Oeles umgesetzt	Direkt ermittelte Olefin in Fettsäure umgesetzt %	Verstärker des Autoklaven	Bemerkungen
26.6.41	1596	Crackolefin (250 g)	Kat. Vers. 1592	Ni(CO) <sub>4</sub> (5 ccm) NH <sub>4</sub> Cl (5 g)	70	234	285	15	66,0	52,0	69,0	Cu	100000518 Crackolefin J.Z. 108
1.7.41	1598	" (250 g)	Kat. Vers. 1596	Ni(CO) <sub>4</sub> (5 ccm) NH <sub>4</sub> Cl	70	230	285	15	65,0	52,0	67,0	Cu	"
2.7.41	1604	" (250 g)	Kat. Vers. 1599	wie Vers. 1599	70	228	285	15	67,0	55,0	69,0	Cu	"
3.7.41	1609	" (250 g)	Kat. Vers. 1604	wie Vers. 1604	70	224	285	15	62,0	48,5	64,0	Cu	"
4.7.41	1617	" (250 g)	Kat. Vers. 1609	wie Vers. 1609	70	245	285	15	63,0	49,0	65,0	Cu	Bombe nicht entleert
7.7.41	1622	"	Kat. Vers. 1617	wie Vers. 1609			285	15	85,0	67,0	88,0	Cu	"
8.7.41	1625	"	Kat. Vers. 1622	Ni(CO) <sub>4</sub> (5 ccm) NH <sub>4</sub> Cl (5 g)	228		285	15	88,0	70,0	91,5	Cu	"
9. 3.41	1627	"	Kat. Vers. 1625	Ni(CO) <sub>4</sub> (5 ccm) NH <sub>4</sub> Cl (5 g)	253		285	15	91,0	72,0	94,0	Cu	Crackolefin J.Z. 108
17.6.41	1564	Öl (250 g)	Ni 15 % Cu 5 % Cr 0,7 %	Ni, Cu, Cr auf Kieselsträngen + NH <sub>4</sub> Cl NH <sub>4</sub> Cl (10 g)	70	200	285	16	59,0	47,0	61,0	Cu	"
19.6.41	1568	" (250 g)	Kat. Vers. 1564	NH <sub>4</sub> Cl (5 g)	70	222	285	16	58,0	47,0	60,0	Cu	"
21.6.41	1573	" (250 g)	Kat. Vers. 1568	NH <sub>4</sub> Cl (5 g)	70	235	285	20	59,0	46,0	61,0	Cu	"
23.6.41	1577	" (250 g)	Kat. Vers. 1573	NH <sub>4</sub> Cl (5 g)	70		285	20	41,0	32,0	42,5	Cu	"
24.6.41	1581	" (250 g)	Kat. Vers. 1577	NH <sub>4</sub> Cl (5 g)	70	260	285	20	21,0	16,5	22,0	Cu	"
28.6.41	1591	" (250 g)	Kat. Vers. 1581	NH <sub>4</sub> Cl (5 g) Ni(CO) <sub>4</sub> (5 ccm)	70		285	20	58,0	45,0	59,5	Cu	"
30.6.41	1595	" (250 g)	Kat. Vers. 1591	NH <sub>4</sub> Cl (5 g) Ni(CO) <sub>4</sub> (5 ccm)	70	234	285	15	66,0	52,0	68,5	Cu	"
1.7.41	1598	" (250 g)	Kat. Vers. 1595	NH <sub>4</sub> Cl (5 g) Ni(CO) <sub>4</sub> (5 ccm)	70	252	285	15	68,0	54,0	70,0	Cu	"
2.7.41	1603	" (250 g)	Kat. Vers. 1598	Ni(CO) <sub>4</sub> (5 ccm) NH <sub>4</sub> Cl (5 g)	70	230	285	15	71,5	56,5	73,5	Cu	"
3.7.41	1608	" (250 g)	Kat. Vers. 1603	Ni(CO) <sub>4</sub> (5 ccm) NH <sub>4</sub> Cl (5 g)	70	224	285	15	59,0	47,0	61,0	Cu	"
4.7.41	1616	" (250 g)	Kat. Vers. 1608	Ni(CO) <sub>4</sub> (5 ccm) NH <sub>4</sub> Cl (5 g)	70	245	285	15	69,0	55,0	71,5	Cu	Bombe nicht entleert
7.7.41	1621	"	Kat. Vers. 1616	Ni(CO) <sub>4</sub> (5 ccm) NH <sub>4</sub> Cl (5 g)			285	15	82,0	65,0	85,0	Cu	Crackolefin J.Z. 108

Datum	Vers. Nr.	Olefin	Katalysator Zusammensetzung / Menge	Zusätze %	H <sub>2</sub> O g	Höchstdruck Atm.	Temp. °C	Dauer Stdn.	Aus I.Z. erhalten: Olefin in Fettsäure umgesetzt %	% des Olefin umgesetzt	Direkt erhalten: Olefin in Fettsäure umgesetzt %	Verstärker des Autoc- klausen	Bemerkungen
27.5.41	1498	Crackolefin (250 g)	Ni 15% ) auf Kiesel- Cu 5% ) Cr <sub>2</sub> O <sub>3</sub> 0,7%) stränge	Ni, Cu, Cr auf Kieselsträngen + NH <sub>4</sub> Cl (10% CO <sub>2</sub> , 90% CO)	70		285	13	66,0	57,0	68,0	Cu	Crackolefin J.Z. 114
27.5.41	1502	"	Kat. Vers. 1498	NH <sub>4</sub> Cl (5 g)	70	215	285	15	57,0	49,0	59,0	Cu	"
28.5.41	1506	"	Kat. Vers. 1502	NH <sub>4</sub> Cl (5 g)	70	240	285	15	59,0	51,0	60,5	Cu	"
29.5.41	1511	"	Kat. Vers. 1506	NH <sub>4</sub> Cl (5 g)	70		285	15	56,0	48,0	58,0	Cu	"
30.5.41	1519	"	Kat. Vers. 1511	NH <sub>4</sub> Cl (5 g)	70	218	285	15	50,0	43,0	51,5	Cu	"
31.5.41	1522	"	Kat. Vers. 1519	NH <sub>4</sub> Cl (5 g)	70	262	285	15	62,0	39,5	63,5	Cu	Crackolefin J.Z. 72
3.6.41	1525	"	Kat. Vers. 1522	NH <sub>4</sub> Cl (5 g)	70	292	285	15	36,0	23,0	37,0	Cu	"
4.6.41	1528	"	Kat. Vers. 1525	Ni aus Ni(CO) <sub>4</sub> (5 g) NH <sub>4</sub> Cl (5 g)	70	245	285	15	52,0	33,5	54,0	Cu	"
5.6.41	1533	"	Kat. Vers. 1528	NH <sub>4</sub> Cl (5 g)	70	230	285	14	45,0	29,0	47,0	Cu	"
6.6.41	1537	"	Kat. Vers. 1533	Ni(CO) <sub>4</sub> (5 ccn) NH <sub>4</sub> Cl (5 g)	70		285	15	53,0	34,0	55,5	Cu	"
7.7.41	1539	"	Kat. Vers. 1537	Ni(CO) <sub>4</sub> (5 ccn) NH <sub>4</sub> Cl (5 g)	70	258	285	15	62,0	40,0	64,0	Cu	"
26.5.41	1497	"	Ni 15% ) aus Kiesel- Cu 5% ) Cr 0,7%) stränge	Ni, Cu, Cr auf Kieselsträngen + NH <sub>4</sub> Cl (10% H <sub>2</sub> , 90% CO)	70		285	13	65,5	58,0	68,0	Cu	Crackolefin J.Z. 114
27.5.41	1501	"	Kat. Vers. 1497	NH <sub>4</sub> Cl (5 g)	70	200	285	15	57,0	49,0	59,5	Cu	"
28.5.41	1505	"	Kat. Vers. 1501	NH <sub>4</sub> Cl (5 g)	70		285	15	56,0	48,0	58,0	Cu	"
29.5.41	1510	"	Kat. Vers. 1505	NH <sub>4</sub> Cl (5 g)	70		285	15	62,0	53,5	64,5	Cu	"
30.5.41	1518	"	Kat. Vers. 1510	NH <sub>4</sub> Cl (5 g)	70	212	285	15	56,0	48,0	57,5	Cu	"
31.5.41	1521	"	Kat. Vers. 1518	NH <sub>4</sub> Cl (5 g)	70	255	285	13	67,0	43,0	69,0	Cu	Crackolefin J.Z. 72
3.6.41	1524	"	Kat. Vers. 1521	NH <sub>4</sub> Cl (5 g)	70	250	285	15	27,0	17,0	28,0	Cu	"
4.6.41	1527	"	Kat. Vers. 1524	Ni aus Carbynyl (5 g) NH <sub>4</sub> Cl (5 g)	70	232	285	15	54,0	35,0	57,5	Cu	"
5.6.41	1532	"	Kat. Vers. 1527	NH <sub>4</sub> Cl (5 g)	70		285	13	56,0	36,0	58,0	Cu	"
6.6.41	1536	"	Kat. Vers. 1532	NH <sub>4</sub> Cl (5 g)	70	230	285	13	31,0	20,0	32,0	Cu	"
7.6.41	1538	"	Kat. Vers. 1536	NH <sub>4</sub> Cl (5 g) Ni(CO) <sub>4</sub> (5 g)	70	230	285	15	66,0	42,0	68,0	Cu	"
9.6.41	1542	"	Kat. Vers. 1538	dto.	70	230	285	15	66,0	42,0	68,0	Cu	"
10.6.41	1547	"	Kat. Vers. 1542	dto.	70	234	285	12	59,5	47,0	61,0	Cu	"
11.6.41	1550	"	Kat. Vers. 1547	dto.	70	242	285	15	64,0	50,0	66,0	Cu	Crackolefin J.Z. 108
13.6.41	1555	"	Kat. Vers. 1550	dto.	70	211	285	15	79,0	62,0	81,0	Cu	"



BAG Target

2463 - U/4 - 14. 9. 41

Datum	Versuch Nr.	Olefin	Katalysator Zusammensetzung / Menge	Zugzeit %	H <sub>2</sub> O g	Höhd. Druck Atm.	Temp. °C	Dauer Stdn.	Aus J.Z. ermittelte Olefin in Fettsäure umgesetzt %	% des Oeles umgesetzt	% des Olefins in Fettsäure umgesetzt (direkt ermittelt)	Werkstoff des Auto-Klaven	Bemerkungen
Ni, Cu, Cr auf Kieselsträngen + NH <sub>4</sub> Cl.													
19. 6.41	1569	Crackolefin (250 g)	Ni 15,0 % Cu 5,0 % 60 g K'igel (Piv.)	NH <sub>4</sub> Cl (10 g)	72	220	285	15	46,0	56,0	71,0	Cu	J.Z. des Olefins 108
29. 7.41	1683	"	Ni 15,0 % Cu 5,0 % Cr 0,7 % K'istränge	"	70	225	285	15	79,0	36,0	48,5	Cu	" 108
21. 6.41	1575	"	Ni 15,0 % Cu 5,0 % Cr 0,7 % 60 g K'istr. (Piv.)	"	70	232	285	20	77,0	62,0	61,5	Cu	" 108
28. 6.41	1593	"	Ni 15,0 % Cu 5,0 % Cr 0,7 %	"	70	220	285	15	86,0	61,0	79,0	Cu	" 108
2. 7.41	1605	"	"	"	70	230	285	15	43,0	54,0	89,0	Cu	" 72
30. 7.41	1686	"	Kat. 1683	" (-5 g)	70	228	285	15	49,0	33,0	44,0	Cu	" 108
31. 7.41	1690	"	Kat. 1686	"	70	260	285	15	64,0	38,0	50,5	Cu	" 108
2. 9.41	1714	"	Ni 15,0 % Cu 5,0 % Cr 0,7 % 60 g K'istr.	" (10 g)	70	210	285	12	78,0	61,0	69,0	Cu	" 126, Bombe nicht entleert
4. 9.41	1720	-	-	Ni(CO) <sub>4</sub> (5 g)	-	210	285	15	85,0	81,0	91,0	Cu	" 126
5. 9.41	1726	-	-	"	-	210	285	15	54,0	42,0	56,0	Cu	" 108
8. 9.41	1693	"	Kat. 1690	NH <sub>4</sub> Cl ( " )	70	240	285	15	77,0	73,0	82,5	Cu	" 126
9. 9.41	1739	"	-	Ni(CO) <sub>4</sub> (2,5 g) NH <sub>4</sub> Cl (5,0 g)	70	250	285	15	50,5	40,0	52,5	Cu	" 108, Bombe nicht entleert
4. 8.41	1696	"	Kat. 1693	" (5 g)	70	250	285	15	71,5	56,5	74,0	Cu	" 108
5. 8.41	1701	-	Kat. 1696	Ni(CO) <sub>4</sub> (5 cm) NH <sub>4</sub> Cl (5 g)	-	278	285	15	83,5	65,5	86,0	Cu	" 108
8. 8.41	1710	-	-	Ni(CO) <sub>4</sub> (5 cm)	-	290	285	15	84,0	84,0	84,0	Cu	" 108
24. 7.41	1669	C <sub>8</sub> (224 g)	Ni 15,0 % Cu 5,0 % Cr 0,7 % 60 g K'istr.	NH <sub>4</sub> Cl (10 g)	70	215	285	15	28,0	22,0	29,0	Cu	" 103
9. 6.41	1545	Crackolefin (250 g)	Legierung 111 (20 g) Ni 87,1 % Al 10,7 % Cu 2,2 %	Legierungen NH <sub>4</sub> Cl (10 g)	72	254	285	15	20,0	16,0	21,0	Cu	" 108
10. 6.41	1548	"	Kat. 1545	"	70	215	285	15	17,5	13,0	18,0	Cu	" 108
11. 6.41	1551	"	Kat. 1548	"	70	230	285	15				Cu	" 108

100000521

Datum	Versuch Nr.	Olefin	Katalysator Zusammensetzung / Menge	Zusätze	H <sub>2</sub> O g	Höchst- druck Atm.	Temp. °C	Dauer Std.	Aus J.Z. ermittelt: Olefin in Fettsäure umgesetzt %	% des Olefin umgesetzt	% des Ole- fins in Fettsäure umgesetzt (direkt ermittelt)	Verkett- stoff des Auto- klatens	Bemerkungen
15. 6. 41	1557	Crackolefin (250 g)	Legierung 115 (20 g) Ni 75 % Al 10 % Cu 15 %	NH <sub>4</sub> Cl (10 g)	70	230	285	12	8,0	6,5	8,5	Cu	J.Z. des Olefins 108
23. 7. 41	1668	"	Ni 15,0 % Cu 5,0 % Cr 0,7 % 60 g K'at.	NH <sub>4</sub> Cl (10 g)	70	225	285	15	44,0	34,5	45,5	Cu	" " 108
25. 7. 41	1673	"	Kat. 1668	" (5 g)	70	230	285	15	62,5	49,5	64,5	Cu	" " 108
26. 7. 41	1675	"	Kat. 1673	"	70	200	285	15	58,5	46,0	60,5	Cu	" " 108
28. 7. 41	1677	"	Kat. 1675	"	70	235	285	15				Cu	" " 108
3. 7. 41	1615	"	Cu 3 % (60 g K'at.)	NH <sub>4</sub> Cl (10 g) Ni(CO) (5 ccm)	70	235	285	15	61,0	77,0	79,5	Cu	" " 108
7. 7. 41	1623	"	Kat. 1615	NH <sub>4</sub> Cl (5 g) Ni(CO) <sub>4</sub> (2,5 ccm)	70	218	285	15	50,0	63,0	65,0	Cu	" " 108
8. 7. 41	1626	"	Kat. 1623	"	70	212	285	15	46,0	59,0	61,0	Cu	" " 108
9. 7. 41	1629	"	Kat. 1626	"	70	216	285	15	46,0	59,0	61,0	Cu	" " 108
10. 7. 41	1634	"	Kat. 1629	"	70	230	285	15	67,0	85,0	89,0	Cu	" " 108
11. 7. 41	1641	"	Kat. 1634	"	70	212	285	20	42,0	53,5	55,5	Cu	" " 108
28. 7. 41	1679	"	Ni 15,0 % Cu 5,0 % Cr 0,7 % auf K'at.	NH <sub>4</sub> Cl (10 g)	70	202	285	15	80,0	63,0	83,0	Cu	J.Z. des Olefins 108
29. 7. 41	1681	"	Kat. 1679	" (5 g)	70	235	285	15	65,5	51,5	67,5	Cu	" " 108
30. 7. 41	1684	"	Kat. 1681	" (5 g)	70	237	285	15	6,0	4,5	6,0	Cu	" " 108
31. 7. 41	1689	"	Kat. 1684	" (5 g)	70	218	285	15		3,0	1,5	Cu	" " 108
2. 8. 41	1695	"	Kat. 1689	NH <sub>4</sub> Cl (5 g) Ni(CO) <sub>4</sub> (5 ccm)	70	265	285	15	59,0	46,0	60,5	Cu	Analyse des Restgases: Saure Gase 13-15 %, H <sub>2</sub> 22 %, CO 53-54 % J.Z. des Olefins 108
4. 8. 41	1698	"	Kat. 1695	"	70	243	285	15	67,0	53,0	69,0	Cu	" " 108
5. 8. 41	1700	"	Kat. 1698	"	70	240	285	15	59,0	46,0	60,5	Cu	Analyse des Restgases: Saure Gase 6,5 %, CO 73,0 %, H <sub>2</sub> 13,0 % J.Z. des Olefins 108
7. 8. 41	1705	"	Kat. 1700	NH <sub>4</sub> Cl (5 g)	70	270	285	15	13,5	10,5	14,5	Cu	" " 108
2. 9. 41	1715	"	Kat. 1705	Ni(CO) <sub>4</sub> (2,5 ccm)	-	210	285	15	42,0	40,0	45,0	Cu	Bombe nicht entleert; J.Z. des Olefins 108

100000522

Datum	Versuch-Nr.	Olefin	Katalysat. Zusammensetzung / Menge	Zusätze %	H <sub>2</sub> O g	Bochetdruck Atm.	Temp. °C	Dauer Stdn.	Aus J.Z. ermittelte Olefin in Fettsäure umgesetzte %	% des Oeles umgesetzt	% des Olefins in Fettsäure umgesetzt (direkt ermittelte)	Werkstoff des Autoklaven	Bemerkungen
4. 9.41	1719	-	Kat. 1715	Ni(99) <sub>4</sub> (2,5 ccm)	-	282	285	15	54,0	51,0	58,0	Cu	J.Z. des Olefins 126
5. 9.41	1728	Crackolefin (250 g)	Ni 15,0 % Cu 5,0 % } 60 g K'istr. Cr 0,7 %	NH <sub>4</sub> Cl (10 g) Luft (2,5 %)	-	210	285	15	69,0	65,0	73,5	Cu	
10. 9.41	1741	"	Kat. 1728	NH <sub>4</sub> Cl (5 g) Luft (2,5 %)	-	200	285	15	61,0	58,0	65,5	Cu	
12. 9.41	1745	"	Kat. 1741	"	-	210	285	15	62,5	60,0	67,0	Cu	
Ni, Cu, Cr auf Kieselsträngen + Alkylchlorid.													
8. 7.41	1624	"	Ni 15,0 % Cu 5,0 % } 60 g K'istr. Cr 0,7 %	CH <sub>2</sub> Cl <sub>2</sub> (10 g)	70	200	285	15	70,5	89,5	92,0	Cu	" " 108
16. 7.41	1651	"	"	CCl <sub>4</sub> (3 g)	70	200	285	15	69,0	87,5	91,0	Cu	" " 108
16. 7.41	1652	"	"	Hexachloräther (3 g)	70	200	285	20	70,0	88,5	91,5	Cu	" " 108
Ni, Cu auf Kieselsträngen + Methylchlorid + Ni(CO) <sub>4</sub> .													
10. 7.41	1630	"	Ni 15 % Cu 3 % } 60 g K'istr.	CH <sub>2</sub> Cl <sub>2</sub> (5 g)	70	178	285	15	88,0	70,0	91,0	Cu	J.Z. des Olefins 108
11. 7.41	1639	"	Kat. 1630	"	70	214	260	20	57,0	45,0	59,0	Cu	" " 108
12. 7.41	1644	"	Kat. 1639	"	70	230	270	15	10,0	8,0	11,0	Cu	" " 108, Bombe nicht entleert
15. 7.41	1648	"	Kat. 1644	CH <sub>2</sub> Cl <sub>2</sub> (5 g) Ni(CO) <sub>4</sub> (5 ccm)	70	200	285	15	13,0	10,0	14,0	Cu	J.Z. des Olefins 108
10. 7.41	1651	"	Ni 15 % Cu 3 % } 60 g K'istr.	CH <sub>2</sub> Cl <sub>2</sub> (2,5 g)	70	172	285	15	85,0	62,0	88,0	Cu	
11. 7.41	1646	"	Kat. 1651	"	70	1,8	270	20	60,0	63,0	82,5	Cu	
12. 7.41	1645	"	Kat. 1640	"	70	263	260	16	13,0	10,0	14,0	Cu	
15. 7.41	1649	"	Kat. 1645	CH <sub>2</sub> Cl <sub>2</sub> (2,5 g) Ni(CO) <sub>4</sub> (2,5 ccm)	70	200	285	15	26,5	21,0	27,5	Cu	" " 108
Ni, Cu, Cr auf Kieselsträngen + fettsaures Ammonium + Methylchlorid.													
21. 7.41	1662	"	Ni 15,0 % Cu 5,0 % } 60 g K'istr. Cr 0,7 %	CH <sub>2</sub> Cl <sub>2</sub> (2,5 g) Fettsäure (6,0 g) NH <sub>3</sub> 2081g (5,5 g)	70	210	285	15	84,0	81,5	84,0	Cu	" " 108
22. 7.41	1665	"	Kat. 1662	"	70	200	285	15	56,0	71,5	75,5	Cu	" " 108
23. 7.41	1667	"	Kat. 1665	"	70	260	285	15	29,0	37,5	38,5	Cu	" " 108

# BAG Target

2463 - U/4. C. Blatt

100000523

Datum	Versuch Nr.	Olefin	Katalysator Zusammensetzung / Menge	Zusätze %	H <sub>2</sub> O g	Hohst- druck Atm.	Temp. °C	Dauer Stdn.	Aus J.Z. ermittelt: Olefin in Fettsäure umgesetzt %	% des Oeles umgesetzt	% des Ole- fins in Fettsäure umgesetzt (direkt ermittelt)	Werkstoff des Auto- klaven	Bemerkungen
25. 7.41	1671	Crackolefin (250 g)	Kat. 1667	Cl <sub>2</sub> Cl <sub>2</sub> (2,5 g) Ni(CO) <sub>4</sub> (2,5 g) Fettsäure (6,0 g) NH <sub>3</sub> 20%ig (5,5 g)	70	249	285	15	48,5	61,5	63,5	Cu	J.Z.des Olefins 108
28. 7.41	1678	" ( " )	Kat. 1671	"	70	248	285	15	53,5	67,5	69,5	Cu	" " 108
29. 7.41	1682	" ( " )	Kat. 1678	"	70	258	285	15	51,0	65,0	67,0	Cu	" " 108
30. 7.41	1685	" ( " )	Kat. 1682	"	70	235	285	15	53,0	67,0	69,0	Cu	" " 108
Ni, Cu, Cr auf Kieseltränge + Methylenchlorid + Äthanol.													
9. 7.41	1628	" ( " )	Ni 15,0 % Cu 5,0 % Cr 0,7 %	CH <sub>2</sub> Cl <sub>2</sub> (10 g)	90 Äthanol	200	275-280	20	57,8	72,0	74,5	Cu	" " 108
26. 7.41	1674	" ( " )	"	"	"	200	270	20	65,5	81,5	84,0	Cu	" " 108
Vanadinmetall + Cu J. Spuren Ni.													
31. 7.41	1688	" ( " )	Vd (10 g)	NH <sub>4</sub> Cl (10 g)	70	240	285	15	3,0	1,5		Cu	J.Z.des Olefins 108
1. 8.41	1691	" ( " )	Vd (10 g)	NH <sub>4</sub> Cl (10 g) CuJ 10% auf K'istr. (30 g)	70	230	285	15	78,5	61,5	80,5	Cu	" " 108
2. 8.41	1694	" ( " )	Kat. 1691	"	70	265	285	15	53,5	42,0	55,5	Cu	" " 108
4. 8.41	1697	" ( " )	Kat. 1694	"	70	270	285	15	8,5	6,0	9,0	Cu	" " 108
5. 8.41	1699	" ( " )	Kat. 1697	"	70	260	285	15	7,5	5,0	8,0	Cu	" " 108
7. 8.41	1706	" ( " )	Kat. 1699	CuJ auf K'istr. (10 g)	70	240	285	15	85,5	67,0	88,0	Cu	" " 108
13. 8.41	1709	" ( " )	Kat. 1706	"	70	200	285	15	60,5	43,5	62,5	Cu	" " 108
20. 8.41	1711	" ( " )	Kat. 1709	"	70	250	285	15	4,0	2,5	4,5	Cu	" " 108
2. 9.41	1713	" ( " )	Kat. 1711	Ni(CO) <sub>4</sub> (0,1 g)	70	260	285	15	30,0	28,0	32,0	Cu	J.Z.des Crackolefins 126, Beabe nicht entleert
4. 9.41	1723	" ( " )	Kat. 1713	CuJ auf K'istr. (5 g)	-	264	285	15	66,0	63,0	71,0	Cu	" " 126
5. 9.41	1727	" ( " )	Kat. 1723	"	70	265	285	15	12,0	12,0	13,0	Cu	" " 126
19. 9.41	1768	" ( " )	Vd (10 g) CuJ auf K'istr. (5 g)	"	70	242	285	15	16,5	14,5	16,5	Cu	vollkommen Ni-frei
19. 9.41	1775	" ( " )	Vd (10 g)	"	70	280	285	15	3,5	3,0	3,5	Cu	J.Z.des Crackolefins 126

Datum	Versuch Nr.	Olefin	Katalysator Zusammensetzung / Menge	Zusätze	Wasser/ Aether g	Hoch- druck Atm.	Temp. °C	Dauer Stdn.	Aus J.Z. ermittelte Olefin in Fettsäure umgesetzt %	% des Olefin umgesetzt	% des Ole- fins in Fettsäure umgesetzt (direkt ermittelt)	Zusammensetzung des Restes			Wertstoff des Auto- klaven.	Bemerkungen
												saure Gase %	Cu %	H <sub>2</sub> %		
14.10.41	1828	Crackolefin (250 g)	Sb (2 g)		70 H <sub>2</sub> O	258	285	15		3,0						
27.10.41	1845	"	Sb (10 g) CuJ (2 g)		70 "	235	285	15		62,5	74,5	30,0	81,0	6,0		J.Z. des Olefins 126
20.11.41	1899	"	Sb (2 g) Carb.Ni (20 g)		70 "	217	285	15		55,0	65,0	12,0	55,0	22,8		" " 129
3. 5.41	1447	Crackolefin (250 g)	Mo (10 g) CuJ (3 g)		50 Ae.	230	270	24		6,8	7,5					" " 114
5. 5.41	1451	"	Mo (10 g) CuJ (3 g)		90 "	223	270	17		4,0	5,0					" " 114
9. 5.41	1470	"	Mo (20 g) CuJ/Tr (10 g)		72 H <sub>2</sub> O	230	285	10		59,0	70,5					" " 114
26. 6.41	1509	"	Kat. 1470		70 "	240	300	21		10,0	13,0					" " 114
11. 9.41	1746	Crackolefin (250 g)	Ni-acetat (30 g)		70 "	205	290	15		75,0	89,0					" " 126

100000524

Ni - acetat.

# BAG Target

19. Blatt  
2403 - 1713

Datum	Versuch Nr.	Olefin	Katalysator Zusammensetzung / Menge	Zusätze	Wasser g	Höchst- druck Atm.	Temp. °C	Dauer Stdn.	Aus J.Z. ermittelt: Olefin in Fettsäure umgesetzt %	% des Olefin umgesetzt	Direkt er- mittelt: Olefin in Fettsäure umgesetzt %	Zusammensetzung des Restgases				J.Z. des Ausg. methyl- gruppen- Olefins	J.Z. des Ausg. methyl- gruppen- Olefins	Olefin unver- ändert aus J.Z.	Verstoß des Autee- klaves	Bemerkungen
												saure Gase %	CO %	H <sub>2</sub> %	%					
Olefin - Wasser - Nickelmetall aus Ni(CO) <sub>4</sub>																				
11. 9.41	1752	Crook (250 g)	10 g Ni aus Ni(CO) <sub>4</sub>		70	214	285	15	63,0	60,0	68,0				126					
20. 9.41	1779	" ( " )	10 g " "		70		285	15	4,5	5,0	4,5				126					
28. 9.41	1784	" ( " )	10 g " "		70	155	285	15	85,0	81,0	91,5				126					
16.10.41	1831	C <sub>18</sub> ( " )	10 g " "		70	240	285	15	52,0	52,0	52,0				100	110				
21.10.41	1841	" ( " )	30 g " "		70	226	285	15	44,0	44,0	44,0				100	114				
27.10.41	1844	" ( " )	30 g " "		70		285	24	48,0	48,0	48,0	11,6	70,0	17,8	100	111				
8.11.41	1875	Crook ( " )	10 g " "		70	150	285	15	14,5	12,0	14,5	14,0	61,0		129	94				
20.11.41	1911	" ( " )	10 g " "		70	231	285	15	63,5	54,0	63,5	13,0	49,2	22,4	129	94,7				
22.11.41	1912	" ( " )	5 g " "	5,0 g Ni(CO) <sub>4</sub>	70	252	285	15	58,0	49,0	58,0				129	99,5				
24.11.41	1915	" ( " )	20 g " "	3,5 g Na-Seife	70	300	285	15	51,5	43,5	51,5	27,8	26,4	39,0	129	95,8				
27.11.41	1927	" ( " )	20 g Ni-griese		70	295	285	15	25,5	21,5	25,5	31,0	9,4	53,6	129					
4.12.41	1940	" ( " )	5 g Ni aus Ni(CO) <sub>4</sub>	5,0 g Ni(CO) <sub>4</sub>	70	224	285	15	58,5	58,5	69,0				129					

100000525

Datum	Versuch Nr.	Olefin	Katalysator Ni(CO) <sub>4</sub> g	Zusätze	Wasser g	Höchst- druck Atm.	Temp. °C	Dauer Stdn.	Aus J.Z. ermittelt Olefin in Fottkure umgesetzt %	% in Colo umge- setzt	Direkt ermittelt Olefin in Fottkure umgesetzt %	Zusammensetzung des Restgases			J.Z.-des Ausg.- materials	Carb.- Zahl. Gesamt- austräge	Eigenschaften d. Olefins nach an- nicht umges. Olefin aus J.Z. ermit- telt %	Verkohlt des Auto- klaven	Bemerkungen
												saure Gase %	CO %	H <sub>2</sub> %					
									Olefin - Wasser - Ni(CO) <sub>4</sub>										
11. 9.41	1751	250 g Crack- olefin	10		70	245	285	15	89,0	84,0	95,0			126					
17. 9.41	1761	250 g "	10		70	232	270	15	27,0	25,0	29,0			126					
17. 9.41	1762	250 g "	10		70	200	285	15	33,0	89,5	99,0			126					
19. 9.41	1764	250 g "	10		70	212	285-290	15	86,5	82,0	92,3			126					
20. 9.41	1769	250 g "	10		70	200	285	15	57,0	53,0	71,5			126					
22. 9.41	1774	250 g "	5		70	200	285	15	64,0	61,0	69,0			126					
28. 9.41	1785	250 g "	10		70	225	285	15	70,5	57,5	76,0			126					
13.10.41	1823	250 g C <sub>18</sub>	10		70	233	285	15	42,0	42,0	42,0			126	78,0	40,0			
15.10.41	1829	250 g C <sub>18</sub>	5		70	262	285	15	50,0	50,0	50,0			126	98,0				
1.11.41	1857	250 g Crack- olefin	10		70	255	290	15	70,0	59,0	70,0			129	75,3	24,7			
4.11.41	1863	250 g "	5		70	250	285	15	12,5	10,5	12,5			129	105,5	67,0			
12.11.41	1885	250 g "	10		70	272	285	15	63,0	53,0	63,0		51	129	87,6	56,6			
12.11.41	1906	250 g "	10		70	275	285	15	67,0	56,5	67,0			129	100,5	50,7			
22.11.41	1910	250 g "	10		70	222	285	15	74,0	62,5	74,0			129	86,0	28,1			
27.11.41	1928	250 g "	10		36	209	285	15	87,5	70,0	87,5		45	129	70,8				
27.11.41	1929	250 g "	10	1,5 g Seife	70	250	285	15	58,0	47,0	59,0			129	93,5	35,5			
4.12.41	1941	250 g "	10		70	250	285	15	47,5	40,0	47,5			129					
5.12.41	1942	250 g "	10		70	260	285	15	62,0	52,5	60,0			129					
6.12.41	1944	250 g "	10		20	240	285	15	33,5	28,0	33,5			129					
6.12.41	1945	250 g "	10		40	228	285	15	83,0	70,0	83,0			129	75,8	17,5			
7.12.41	1948	250 g "	10		40	200	285	15	66,0	56,0	66,0			129	87,8				
7.12.41	1949	250 g "	10		120	280	285	15	47,5	40,0	47,5			129					
7.12.41	1950	250 g "	10		70	200	285	18	51,0	43,5	51,0			129	94,8	41,4			
9.12.41	1952	250 g "	10		40	215	285	2	51,0	43,5	51,0			129	84,8	38,5			

100000526

V<sub>4</sub> neu  
V<sub>4</sub>

# BAG Target

21. Blatt

2463 - U/4 C3

Datum	Versuch Nr.	Cr-Olefin	Katalysator Zus. / Menge	Zusätze	Wasser g	Höchst- druck Atm.	Temp. °C	Dauer Stdn.	Aus J.Z. ermittelt: Olefin in Fettsäure umgesetzt %	% des Oeles umge- setzt	Direkt ermittelt: Olefin in Fettsäure umgesetzt %	J.Z. des Ausgangs- olefins	J.Z. des zurückge- wonnenen Olefins	Olefin unverän- dert aus J.Z.	Zusammensetzung d. Restgases Saure Gase CO H <sub>2</sub> KW	Verketoff- des Auto- klaven	Bemerkungen
11. 9.41	1748	250 g	Ni (15,0%) Cu (5,0%) Cr (0,7%) 60 g K' gel		70	210	285	15	65,0	60,0	67,5	126	98,3	31,5	% % % % %	Cu	100000527
14. 9.41	1756	250 g	wie Vers. 1748		70	214	285	15	83,0	73,0	89,0	126				Cu	
24. 9.41	1778	250 g	wie oben		70	220	285	15	33,0	41,0	46,0	126				Cu	
27. 9.41	1783	250 g	Kat. Vers. 1778		70	200	285	15	84,0	73,5	90,0	126				Cu	
28. 9.41	1785	250 g	Kat. Vers. 1783		70	222	285	15	65,5	62,0	70,0	126				Cu	
30. 9.41	1789	250 g	Kat. Vers. 1786		70	218	285	15	46,0	44,0	50,0	126				Cu	
2. 10.41	1792	250 g	Kat. Vers. 1789	5 cm <sup>3</sup> Ni(CO) <sub>4</sub>	70	252	285	15	67,0	64,0	72,0	126	92,0	24,7		Cu	
4. 10.41	1799	250 g	Kat. Vers. 1792	" "	70	225	285	15	69,0	66,0	74,0	126	87,5	20,5		Cu	
6. 10.41	1802	250 g	Kat. Vers. 1799	" "	70	228	285	15	58,0	55,0	62,0	126	83,0	31,3		Cu	
7. 10.41	1809	250 g	Kat. Vers. 1802	" "	70	227	285	15	57,0	54,0	61,0	126	90,0	35,3		Cu	
9. 10.41	1812	250 g	Kat. Vers. 1809	" "	70	230	285	15	59,0	56,0	64,0	126				Cu	
10. 10.41	1818	250 g	Kat. Vers. 1812		70	202	285	15	61,5	58,5	66,0	126	87,0	32,5		Cu	
13. 10.41	1821	250 g	Kat. Vers. 1818		70	290	285	15	69,5	65,0	73,5	126				Cu	
27. 10.41	1846	250 g	60 g Kat. 8119 Ni (15%) Cu (3%)		70	276	285	15	45,5	43,0	49,0	129			30,0 44,0 51,0	Cu	
1. 11.41	1858	250 g	Kat. Vers. 1858 K. - Cu vorher, nicht red.		70	344	285	15	8,0	7,5	9,0	129	87,3	35,0	30,2	Cu	
4. 11.41	1862	250 g	Kat. Vers. 1858	5 cm <sup>3</sup> Ni(CO) <sub>4</sub>	70	300	285	15	4,0	3,0	4,0	129			20,0 29,0 5,0	Cu	
6. 11.41	1869	250 g	Kat. Vers. 1862	" "	70	302	285	15	10,5	10,0	11,0	129	105,0	71,3	45,0 3,0	Cu	

Olefin - Wasser - Nickel auf Träger.



Datum	Versuch Nr.	Cr. Olefin	Katalysator Zus. / Menge	Ausg. Gas		Zuektze	Wasser g	Hohat- druck	Temp. °C	Dauer Stdn.	Aus J.Z. ermittelt Olefin in Fettsäure umgesetzt %	% des Oeles umge- setzt	Direkt ermittelt Olefin in Fettsäure umgesetzt %	Zusammensetzung des Reaktions- gases		J.Z. Ab- gabe- mat.	C.Z. Umset- zungs- prod.	Eigenschaften des Olefins Hauptfrak- tion J.Z. (C.Z. J.Z. C.Z.)	Aus J.Z. ber. % des Olefins unver- ändert	Werkstoff des Auto- klaven	Bemerkungen	
				Atü %	CO %									CO %	H <sub>2</sub> %							
30. 9.41	1788	250 g	Ni (15,0 %) Cu ( 5,0 %) K'igel Cr ( 0,7 %)	10	90		70	240	285	15	35,0	33,0	30,0			126					Cu	
30. 9.41	1791	250 g	Kat. 1788	10	90		70	230	285	15	40,0	45,0	52,0			126	22				Cu	
30. 9.41	1794	250 g	Kat. 1791	10	90		70	229	285	15	46,0	44,0	50,0			126		90	33	48,0	Cu	
4.10.41	1801	250 g	Kat. 1794	10	90		70	252	285	15	35,0	33,0	38,0			126		101	54		Cu	
5.10.41	1804	250 g	Kat. 1801	10	90	5 cm <sup>3</sup> Ni(CO) <sub>4</sub>	70	272	215	15	24,0	23,0	26,0			126		112		68,8	Cu	
7.10.41	1811	250 g	Kat. 1804	10	90	"	70	260	285	15	50,0	47,0	54,0			126	10	94			Cu	
9.10.41	1814	250 g	Kat. 1811	10	90	"	70	274	285	15	56,0	53,0	60,0			126		98	3		Cu	
10.10.41	1816	250 g	Kat. 1814	10	90	"	70	239	285	15	69,0	65,0	73,5			126		98			Cu	
13.10.41	1820	250 g	Kat. 1816	10	50	"	70	255	285	15	65,5	62,0	70,5			126		119		31,0	Cu	
7.11.41	1871	250 g	-	20	80		70	266	285	15				0,5	69,0	129					Cu	
8.11.41	1872	250 g	20 g Ni aus Carbonyl	10	90		70	216	285	15	54,5	43,0	54,5			129	44			91,0	Cu	
15.11.41	1893	250 g	20 g Ni aus Carbonyl 2,3-Eisessig	40	80		70	252	215	15	57,5	47,0	57,5	5,4	12,6	129	37				Cu	
16.11.41	1894	250 g	20 g Ni aus Carbonyl	40	80		70	265	205	15	30,0	25,5	30,0	3,0	20,6	129	56				Cu	
16.11.41	1895	250 g	20 g Ni aus Carbonyl 10 g NH <sub>4</sub> Cl	40	80		70	215	285	15	47,5	40,0	47,5	7,0	24,9	129		93	27	42,0	Cu	
18.11.41	1896	250 g	20 g Ni aus Carbonyl 10 g NH <sub>4</sub> Cl	40	-		70	120	285	15	4,0	3,0	4,0			129					Cu	
23.11.41	1914	250 g	20 g Ni aus Carbonyl 5,5 g 4-Ceife	60	60		70	282	285	15	12,0	10,5	12,0	16,0	4,0	129		97,4	37,4	78,3	Cu	

Datum	Verbrauch Nr.	Olefin	Katalysator Zus. / Menge	Zusatz Wasser g	Höchst- druck Atm.	Temp. °C	Dauer Stdn.	Aus J.Z. ermittelte Olefin in Fettsäure umgesetzt %	% des Gases in Fettsäure umgesetzt	% des Olefins in Fettsäure umgesetzt (direkte Ermittlung)	Zusammensetzung des Reaktionsgases		Eigenschaften des Olefins		Verkeimung des Autoklavens	Bemerkungen		
											Gase %	CO %	H <sub>2</sub> %	J.Z.			Hauptfrakt. J.Z.	Rückstand J.Z.
25. 9.41	1787	250 g Crack-Olefin	Ni (15,0 %) Cu ( 5,0 %) Cr ( 0,7 %)	70	220	285	15	54,0	51,0	59,0								
30. 9.41	1790	250 g "	Kat. 1787	70	240	285	15	89,0	55,5	62,6				36	34,0			Cu
2.10.41	1793	250 g "	Kat. 1790	70	220	285	15	72,5	69,0	77,5				32	22,0			Cu
4.10.41	1800	250 g "	Kat. 1793	70	221	285	15	66,5	63,0	71,5				11	44	29,0		Cu
6.10.41	1803	250 g "	Kat. 1800	70	270	285	15	64,5	61,5	69,5					39			Cu
7.10.41	1810	250 g "	Kat. 1803	70	262	285	15	65,5	62,0	70,5								Cu
9.10.41	1813	250 g "	Kat. 1810	70	300	285	15	76,5	72,5	82,5					75	9	21	Cu
10.10.41	1817	250 g "	Kat. 1813	70	253	285	15	75,0	71,0	60,5	29,0	34,6		7	13	16,8		Cu
15.10.41	1830	250 g C <sub>13</sub>	-	70	230	285	15	29,5	24,5	29,5	5,0	7,0						Cu
16.10.41	1832	250 g C <sub>18</sub>	10 g Ni aus Ni(CO) <sub>4</sub>	70	210	285	15	25,0	25,0	25,0	5,5	14,0						Cu
16.10.41	1833	250 g C <sub>18</sub>	-	70	239	285	15	33,5	33,5	33,5	4,3	79,0						Cu

Cu Ni Cr auf Kieselgel, (95 % CO + 5 % Luft)

5 g Ni(CO)<sub>4</sub>

Datum	Versuch Nr.	Olefin	Katalysator Zus. / Menge	Zusätze	Alkohol g	Höchst- druck Atm.	Temp. °C	Dauer Stdn	Aus J.Z. erhalten: Olefin in Fettsäure umgesetzt %	% des Öles umge- setzt	% des Ole- fins in Fettsäure umgesetzt (direkt ermittelt)	Verbleib des Auto- katalysators	Bemerkungen
100000530													
				Ni Cu Cr auf Kieselsträngen + NiCl <sub>4</sub> + Äthanol.									
26. 4.41	1435	250 g Crack- olefin	Ni (14,5 %) 60 g Cu (5,0 %) Kstr. Cr (0,7 %)	10 g NH <sub>4</sub> Cl	90 Ae.	215	270	24	65,0	55,0	65,0	Cu	J.Z. des Olefins 114
29. 4.41	1437	250 g "	" " "	1 g "	90 Ae.	200	270	13	12,0	10,0	12,0	Cu	" " 114
25. 4.41	1445	250 g "	" " "	10 g "	90 Ae.	180	270	12	58,0	50,0	58,0	Cu	" " 114
5. 5.41	1454	400 g "	20 g Ni	16 g "	150 Ae.	200	270	20	29,0	25,0	29,0	V <sub>4</sub> A	" " 114
Ni Cu Cr auf Kieselsträngen + Äthanol.													
28. 4.41	1439	250 g "	Ni (14,5 %) 60 g Cu (5,0 %) Kstr. Cr (0,7 %)	-	90 Ae.	180	270	12	12,0	10,0	12,0	Cu	J.Z. des Olefins 114
29. 4.41	1439	250 g "	" " "	-	90 Ae.	179	270	13	11,0	9,0	11,0	Cu	" " 114
Ni(CO) <sub>4</sub> bzw. Ni + Äthanol.													
17. 9.41	1763	250 g "	10 g Ni(CO) <sub>4</sub>	-	90 Ae.	220	270	13	5,5	5,0	5,5	Cu	" " 126
19. 9.41	1767	250 g "	10 g Ni aus Carb.	-	90 Ae.	198	265	15	23,0	22,0	25,0	Cu	" " 126

Versuche mit Cobalt.

Datum	Versuch Nr.	Olefin	Katalysator Zus. / Menge	Zusätze	Alkohol/Wasser	Höchst- druck Atm.	Temp. °C	Dauer Stdn.	Aus J.Z. ermittelt: Olefin in Fettsäure umgesetzt %	% des Oeles umgesetzt	% des Ole- fins in Fettsäure umgesetzt (direkt ermittelt)	Werkstoff des Auto- Klaven	Bemerkungen
21. 2.41	1361	250 g C <sub>18</sub>	ROO (12,5 g) CuJ (3,0 g)	Raney - Cobalt + Cu J. 70 g H <sub>2</sub> O	263	300-320	47		15,2		Cu		
5. 3.41	1384	250 g C <sub>18</sub>	ROO (12,5 g) CuJ (3,0 g)	90 g Ae.	230	300	29		19,6		Cu		
24. 3.41	1392	250 g C <sub>18</sub>	CuJ (3,0 g) ROO (10,0 g) RNI (2,5 g)	Raney - Cobalt, Raney - Nickel + Cu J. 72 g H <sub>2</sub> O	250	290-295	25		24,0		Cu		
26. 3.41	1394	250 g C <sub>18</sub>	CuJ (3,0 g) ROO (6,0 g) RNI (6,0 g)	72 g H <sub>2</sub> O	260	300	19		40,0		CG		
31. 3.41	1403	250 g C <sub>18</sub>	CuJ (3,0 g) ROO (2,5 g) RNI (10,0 g)	72 g H <sub>2</sub> O	212-232	295	19		22,0		Cu		
7. 4.41	1417	250 g C <sub>18</sub>	NI (5,9 g) Cu (4,2 g) K'istr. J (5,4 g)	9 g Co 70 g H <sub>2</sub> O	263	300	24		14,5		Cu		
15. 4.41	1423	250 g C <sub>18</sub>	Co (13,1 g) Cu (3,7 g) K'istr. J (0,5 g)	70 g H <sub>2</sub> O	300	300-320	24		5,5		Cu	J.Z. des Olefins 114	
5. 5.41	1455	400 g Graph- olefin	Co (20,0 g) CuJ (1,0 g)	16 g NH <sub>4</sub> Cl 180 g Ae.	200	270	15	10,0	9,0	11,6	V <sub>4</sub>	114 Hofer	
21. 7.41	1661	250 g Graph- olefin	Co (6,0 g) NI (6,3 g) 60 g Cu (4,4 g) K'igel Cr (0,7 g)	10 g NH <sub>4</sub> Cl 70 g H <sub>2</sub> O	200	285	15		8,0	12,0	Cu	" " 108	
22. 7.41	1666	250 g	Kat. 1661 Co (6,0 g) NI (6,4 g) 60 g Cu (4,4 g) K'igel Cr (0,5 g)	5 g NH <sub>4</sub> Cl 70 g H <sub>2</sub> O	250	285	15		4,0	6,0	-Cu	" " 108	
21. 7.41	1683	250 g Graph- olefin	Co (6,0 g) NI (6,4 g) 60 g Cu (4,4 g) K'igel Cr (0,5 g)	10 g NH <sub>4</sub> Cl 70 g H <sub>2</sub> O	212	285	15		7,5	10,0	Cu	" " 108	
22. 7.41	1664	250 g Graph- olefin	Kat. 1663	5 g NH <sub>4</sub> Cl 70 g H <sub>2</sub> O	280	285	15		4,0	6,0	Cu	" " 108	

100000531

Datum	Versuch Nr.	Olefin	Katalysator Zus. / Menge	Zusätze	Alkohol/Wasser	Höchst- druck Atm.	Temp. °C	Reiner Stoff	Aus 1. erhaltene Olefin in Fettsäure umgesetzt %	X des Olefin umgesetzt	2. des Olefin in Fettsäure umgesetzt (direkt erhalten)	Werkstoff des Auto- klaven	Bemerkungen
Fortsetzung von Seite 25													
11. 4.41	1419	250 g C <sub>18</sub>	CuJ ( 5,0 %) 60 g K'str.	9 g Co	90 g Ae.	280	300-320	23			5,4	V <sub>2</sub> A	
22. 4.41	1433	250 g Crack- olefin	Co (16,8 %) 40 g Al ( 2,0 %) Bimsstein	3 g CuJ	90 g Ae.	200	270	24		33,4	42,4	Cu	J. Z. des Olefins 114
7. 5.41	1459	250 g "	" "	3 g CuJ	90 g Ae.	176	220	14	19,0	16,0	19,0	Cu	" " 114
7. 5.41	1464	400 g "	Co (20,0 g) Cu ( 3,0 g)	16 g NH <sub>4</sub> Cl	150 g Ae.		270	20	10,0	9,0	10,0	V <sub>4</sub> A	" " 114, Hofer
8. 5.41	1467	250 g "	Co (12,0 g) Cu ( 2,0 g)	10 g NH <sub>4</sub> Cl	72 g H <sub>2</sub> O		290	20	5,5	4,5	5,5	Cu	" " 114
Nickel - Amalgam.													
29. 7.40	1035	75 g C <sub>18</sub>	20 g Ni-Amalgam	1 g CuJ	25 g Ae.	200	275	16	32,0			V <sub>2</sub> A	
29. 7.40	1036	75 g C <sub>18</sub>	" "	1 g AgJ	25 g Ae.	200	275	14	36,5			V <sub>2</sub> A	
5.10.40	1126	75 g C <sub>18</sub>	20 g "	4 g CuJ	25 g Ae.	200	270	36	14,5			V <sub>2</sub> A	
Eisen bzw. Eisencarbonyl und FeCl <sub>2</sub> mit CuJ, AgJ und R Ni.													
11.10.40	1142	75 g C <sub>18</sub>	AgJ ( 1 g) RNI ( 4 g)	4 g Fe	25 g Ae.	200	270	31			61,0	Ag	
18.10.40	1154	500 g C <sub>18</sub>	CuJ (37,4 g) RNI (25,0 g)	1 g FeCl <sub>2</sub>	180 g Ae.	200	270	8			50,5	V <sub>4</sub> A	
23.10.40	1164	500 g C <sub>18</sub>	CuJ (37 g) RNI (25 g)	1 g FeCl <sub>2</sub>	180 g Ae.	200	270	4			35,0	V <sub>4</sub> A	Hofer
7.11.40	1199	500 g C <sub>18</sub>	CuJ (37 g) RNI (25 g)	6 g Fe	180 g Ae.	195	250-270	20	34,5			V <sub>4</sub> A	76 % als Ester, 24 % als Fettsäure
12.11.40	1208	500 g C <sub>18</sub>	CuJ (37 g) RNI (25 g)	20 g Fe	180 g Ae.	190	210-240 -270	60				V <sub>4</sub> A	Hofer
18.11.40	1224	500 g C <sub>18</sub>	CuJ (37 g) RNI (25 g)	8 g Fe	180 g Ae.	200	270-280	36	50,0			V <sub>4</sub> A	" "
19. 2.41	1395	250 g C <sub>18</sub>	CuJ ( 3 g)	20 g Fe	72 g H <sub>2</sub> O	312	320	20	27,2			Cu	
27. 2.41	1376	250 g C <sub>18</sub>	CuJ ( 3 g)	20 g Fe	70 g H <sub>2</sub> O	290	320	25	5,0			Cu	

100000533

Datum	Versuch Nr.	Ni- bzw. Ni(CO) <sub>4</sub> - Menge	Zusätze	Wasser g	H <sub>2</sub> cherdruck Atm.	Temp. °C	Dauer Stün.	Zusammensetzung des Restgases		Gasförm. Ni	Verkeförf des Abströmen Klaven	Bemerkungen
								Säure	H <sub>2</sub>			
14.10.41	1825	10 g Ni aus Carbonyl	100 Atm CO	70	271	285	15	6,2	80,0		Cu	
14.10.41	1826	10 g Ni aus Carbonyl	-	70	90	285	15	26,0	0,5		Cu	
14.10.41	1827	10 cm <sup>3</sup> Ni(CO) <sub>4</sub>	100 Atm CO	70	288	285	15	4,0	88,0		Cu	
19.10.41	1835	30 g Ni aus Carbonyl	100 Atm CO	280	295	285	15	16,0	58,2		Cu	
19.10.41	1836	30 g Ni aus Carbonyl	5 Atm Luft 95 Atm CO	280	311	285	15	11,0	65,6		Cu	
19.10.41	1837	20 cm <sup>3</sup> Ni(CO) <sub>4</sub>	100 Atm CO	280	328	285	15	4,0	87,0		Cu	
20.10.41	1838	30 g Ni aus Carbonyl	-	280	118	285	15	60,0	1,6		Cu	
20.10.41	1839	20 cm <sup>3</sup> Ni(CO) <sub>4</sub>	-	280	155	285	15	30,0	5,0		Cu	
29.10.41	1848	30 cm <sup>3</sup> Ni(CO) <sub>4</sub>	100 Atm CO	280	312	285	15	12,0 0,36 1m H <sub>2</sub> O	64,0		Cu	
29.10.41	1849	30 g Ni aus Carbonyl	100 Atm CO	280	330	285	15	24,0 0,09 1m H <sub>2</sub> O	35,0		Cu	
31.10.41	1855	30 cm <sup>3</sup> Ni(CO) <sub>4</sub>	-	280	180	285	15	55,8 0,15 CO <sub>2</sub> 1m H <sub>2</sub> O	1,0	20,0	Cu	
31.10.41	1856	30 g Ni aus Carbonyl	-	280	15	285	15	24,0 0,06 CO <sub>2</sub> 1m H <sub>2</sub> O	1,0	39,4	Cu	
4.11.41	1864	30 g Ni aus Carbonyl	-	280	88	285	15	25,0	18,2		Cu	
11.11.41	1878	30 g Ni aus Carbonyl	-	280	73	285	15	19,0	4,0		Cu	
12.11.41	1880	30 g Ni aus Carbonyl	100 Atm CO	280	282	285	15	15,4	61,4		Cu	
11.11.41	1883	30 g Ransay-Ni Paste	-	260 (ausgek.)	88	285	15	0,5	3,0		Cu	
12.11.41	1887	30 g Ni aus Carbonyl	-	280	88	285	15	15,0	0,5		Cu	
27.11.41	1930	30 g Ni-griess	100 Atm CO	280	300	285	15	31,0	15,8		Cu	

Verhalten von Ni und Ni(CO)<sub>4</sub> mit Wasser mit und ohne CO bei 285°

Datum	Versuch Nr.	Olefin	Katalysator	Zucktz	Wasser g	Höchst- druck Atm.	Temp. °C	Dauer Stdn.	Zusammensetzung des Restgases				Hydr. J.Z.	Carb. zahl	Okt-Zahl	J.Z. des Ausgangs- mat.	Olefin hydr.	% Olefin in Aldehyd	Werkstoff des Auto- klaven	Bemerkungen
									Saure Gase H <sub>2</sub> O %	CO %	H <sub>2</sub> %	H <sub>2</sub> %								
<u>Hydrierversuche</u>																				
23.11.41	1917	250 g	20 g Ni aus Carbonyl	100 H <sub>2</sub>	70	211	285	15	45,0	65,0	129	65,0				129	65,0		Cu	
24.11.41	1918	250 g	20 g Ni aus Carbonyl + 3,5 g Na-Selife	100 H <sub>2</sub>	70	268	285	15	96,3	25,0	129	25,0				129	25,0		Cu	
1.12.41	1931	250 g	20 g Ni aus Carbonyl + 10 g Fettsäure	100 H <sub>2</sub>	70	190	285	15	44,0	66,0	129	66,0				129	66,0		Cu	
8.11.41	1874	250 g	20 g Ni aus Carbonyl	20 H <sub>2</sub>	70	99	285	15	94,0	27,0	129	27,0	7,5			129	27,0		Cu	
<u>Oxo - Reaktionen</u>																				
5.11.41	1866	250 g	Ni (15%) 60 g Cu (3%) K'gel	20 H <sub>2</sub> 80 CO	-	138	285	15	68,0	40,0	129	29,0	1			129	29,0	18,0	Cu	
5.11.41	1867	250 g	20 g Ni aus Carbonyl	20 H <sub>2</sub> 80 CO	-	155	285	15	84,0	25,0	129	24,0	0			129	24,0	11,3	Cu	
<u>Hydrierversuche ohne Wasser</u>																				
8.11.41	1873	250 g	20 g Carb.Ni	20 H <sub>2</sub>	-	27	285	15	82,0	0	129	36,0	3,5			129	36,0		Cu	
1.12.41	1932	250 g	20 g Carb.Ni + 10 g Fettsäure	40 H <sub>2</sub>	-	18	285	15	63,0	51,0	129	51,0				129	51,0		Cu	

100000534

Datum	Versuch Nr.	Olefin	Katalysator Zus. / Menge	Alkohol	Höchst- druck Atm.	Temp. °C	Dauer Std.	Aus J.Z. ermittelt: Olefin in Fettsäure umgesetzt %	J.Z. des zurückgew. Olefin / Paraffin	Herkstoff des Auto- klaven	Bemerkungen
11. 1.41	1304	125 g C <sub>18</sub>	CuJ (18,7 g) RNI (25,0 g)	62 g Äthyl- Mercaptan	122	Äthyl - Mercaptan. 270-278	36	polymerisiert. Um.ca. 28 %, davon 42% Thioäure, 58% Thioester	V <sub>4</sub>		100000535
11. 1.41	1305	125 g C <sub>18</sub>	Ni(CO) <sub>4</sub> (90 g) NiJ <sub>2</sub> (1 g)	62 g "	195	270	36	15 %, davon 47% in Thioäure 53% in Thioester	"		
28. 1.41	1328	112 g C <sub>8</sub>	Ni(CO) <sub>4</sub> (170 g) NiJ <sub>2</sub> (2 g)	193 g "	250	276	36	15,5 % Thioester her.aus V.Z.	"		
5. 4.41	1414	112 g C <sub>8</sub>	Ni(CO) <sub>4</sub> (60 g) Eisessig (5 g)	93 g "	103	260	18	28 %, davon 39% Thioäure 61% Thioester	"		
1. 1.41	1256	250 g C <sub>18</sub>	CuJ (37,4 g) RNI (25,0 g)	90 g	100	270	18	8 % als Glykolester	V <sub>4</sub>		viel C <sub>9</sub> -Säure
3. 1.41	1297	112 g C <sub>8</sub>	CuJ (18,7 g) RNI (25,0 g)	90 g	160	276	36	10 % als Glykolester	V <sub>4</sub>		viel C <sub>9</sub> -Säure
3. 1.41	1298	112 g C <sub>8</sub>	Ni(CO) <sub>4</sub> (90,0 g) NiJ <sub>2</sub> (1,0 g)	90 g	172	255	36	31 % als Glykolester	V <sub>4</sub>		
3. 3.41	1332	250 g C <sub>8</sub>	CuJ (3,0 g) RNI (12,5 g)	90 g	200	270	36	29 % als Glykolester	N <sub>8</sub>		
2. 3.41	1360	224 g C <sub>8</sub>	RNI (12,5 g) CuJ (3,0 g)	180 g	220	270	36	11 % als Glykolester	V <sub>4</sub>		
3. 4.41	1408	250 g Mischel- Olefin	RNI (12,5 g) CuJ (3,0 g)	90 g Ae.	190	270	16	55 % des Oeles umge.	V <sub>4</sub>		Säurezahl der isolierten Fettsäuren: Verlauf 360, Hauptfraktion ca. 205
4. 4.41	1411	250 g Baupolier- Olefin aus (Kraakunij)	RNI (12,5 g) CuJ (3,0 g)	90 g Ae.	200	270	9	76 % des Oeles umge.	V <sub>4</sub>		" " 243
5. 4.41	1412	Olefin Dr.-Duftechmid	CuJ (3,0 g) (12,5 g)	90 g Ae.	200	275	16	40 % des Oeles umge.	V <sub>4</sub>		" " 220



100000536

Neerreaktionen: Einfluss des Wassergehaltes auf nicht umgesetztes Olefin.

Datum	Versuch Nr.	Olefin	J. Z. des Ausgangsmaterials	J. Z. des zurückgewonnenen Olefins	% Fett säure im Olefin	% Fett säure im Öl	in Olefin direkt ermittelte	Effektive Ausbeute	Olefin unverändert	Olefin unverändert	H <sub>2</sub> im Restgas	Bemerkungen
					in Olefin	bor.auf	in Olefin	bor.auf	bor.aus	unverändert	%	*)
					bor.aus	Olefin	mittel	Olefin	JZ.	setzt	%	*)
					JZ.	%		%	%	%	%	
Katalysator: Ni Cu Cr auf Träger.												
11.9.41	1748	Crackolefin	126	98,3	63,0	60,0	67,5	54,7	31,5	94,1		
2.10.41	1792	"	126	92,0	67,0	64,0	72,0	59,0	34,7	92,2		Fettsäure olefinhaltig
4.10.41	1799	"	126	87,5	69,0	66,0	74,0	61,0	27,5	96,2		Fettsäure olefinhaltig
6.10.41	1802	"	126	83,0	58,0	55,0	62,0	49,7	31,3	88,3		"
7.10.41	1809	"	126	90,0	57,0	54,0	61,0	48,7	35,5	91,5		"
9.10.41	1818	"	126	87,0	59,0	56,0	64,0	50,6	32,5	91,5		"
1.11.41	1858	"	129	87,3	8,0	7,5	9,0	6,1	66,0	73,2	30,8	Fettsäureester olefinhaltig
6.11.41	1869	"	129	105,0	10,5	10,0	11,0	8,0	71,3	80,2	32,0	"
Ni Cu Cr auf Kieselgel (Kohlensäure mit 10 % H <sub>2</sub> )												
30.9.41	1794	"	126	90,0	46,0	44,0	50,0	38,8	45,0	89,7		Fettsäure olefinhaltig
5.10.41	1804	"	126	112,0	24,0	23,0	26,0	19,3	68,5	90,5		"
13.10.41	1820	"	126	119,0	65,5	62,0	70,5	56,9	31,0	96,8		"
Ni aus Carbonyl (Kohlensäure mit 10 - 50 % H <sub>2</sub> )												
8.11.41	1872	"	129	97,4/HF 37,4/R	54,5	45,0	54,5	57,2	42,4	91,9		10 % H <sub>2</sub> im CO
16.11.41	1895	"	129	93,0/HF 27,0/R	47,5	40,0	47,5	34,5	42,0	83,5		33 % H <sub>2</sub> im CO, enthält noch 8 % Olefin
25.11.41	1914	"	129	97,4/HF 37,4/R	12,0	10,5	12,0	9,0	78,3	88,0		50 % H <sub>2</sub> im CO; Fettsäure enthält noch Olefin
Ni Cu Cr auf Kieselgel (Kohlensäure mit 5 % Luft)												
30.9.41	1790	"	126	90,0	55,0	55,5	62,5	49,7	34,0	91,4		
2.10.41	1793	"	126	78,0	72,5	69,0	77,5	64,3	22,0	95,6		
4.10.41	1800	"	126	86,0	66,5	63,0	71,5	58,0	29,0	95,9		
10.10.41	1817	"	126	68,0	75,0	71,0	80,5	66,4	15,6	92,6		

\*) Das nicht umgesetzte Olefin wurde aus der J.Z. des von der Fettsäure abgetrennten unversäifbaren ermittelt. Enthielt die Fettsäure noch etwas Olefin, so fällt die Summe aus umgesetztem und unverändertem Olefin etwas zu niedrig aus.

100000537

Datum	Versuch Nr.	Olefin	J.Z. des Ausgangsmaterials	J.Z. des zurückgewonnenen Olefins	im Olefin ber. aus J.Z.	% Fettsäure im Öl	im Olefin direkt ermittelt	Effektive Ausbeute		Olefin unverändert ber. aus J.Z. %	Olefin unverändert + umgesetz. %	H <sub>2</sub> in Restgas %	Bemerkungen
								ber. auf Öl	ber. auf Olefin				
16.10.41	1831	C <sub>18</sub>	100	100	52,0	52,0	52,0	48,0	48,0	47,0	95,0		
21.10.41	1841	"	100	100	44,0	44,0	38,0	39,0	39,0	55,0	94,0		
27.10.41	1844	"	100	100	48,0	48,0	43,5	43,5	43,5	50,0	93,5	17,8	
8.11.41	1875	Crackolefin	129	94,0	14,5	14,5	11,5	12,0	12,0	87,0	99,0		
22.11.41	1912	"	129	99,5	58,0	58,0	43,2	52,1	52,1	48,0	100,0		
24.11.41	1915	"	129	95,8	51,5	51,5	37,7	45,5	45,5	42,0	87,5	39,0	
13.10.41	1823	C <sub>18</sub>	100	78,0	42,0	42,0	38,0	38,0	38,0	57,0	95,0	5,5	
1.11.41	1867	Crackolefin	129	75,3	70,0	70,0	53,0	64,7	64,7	24,7	89,4		Fettsäure etwas olefinhaltig
4.11.41	1863	"	129	105,5	12,5	12,5	8,5	10,1	10,1	87,0	97,1	2,0	
12.11.41	1885	"	129	87,6	63,0	63,0	47,0	57,3	57,3	36,6	93,9	21,0	
12.11.41	1906	"	129	100,5	67,0	67,0	50,5	61,5	61,5	30,7	92,2	12,2	Fettsäure etwas olefinhaltig
22.11.41	1910	"	129	86,0	74,0	74,0	56,7	69,1	69,1	28,1	97,2	27,0	
27.11.41	1929	"	129	93,5	58,0	58,0	41,1	52,0	52,0	35,5	87,5		Fettsäure etwas olefinhaltig
6.12.41	1945	"	129	75,8	83,0	83,0	64,7	78,9	78,9	17,5	86,4	1,0	
7.12.41	1950	"	129	94,8	51,0	51,0	37,2	45,0	45,0	46,0	91,4	4,2	Fettsäure etwas olefinhaltig
9.12.41	1952	"	129	84,8	51,0	51,0	37,2	49,0	49,0	41,0	86,0	4,2	

+ ) Das nicht umgesetzte Olefin wurde aus der J.Z. des von der Fettsäure abgetrennten Unverseifbaren ermittelt. Entzieht die Fettsäure noch etwas Olefin, so fällt die Summe aus umgesetztem und unverändertem Olefin etwas zu niedrig aus.

BAG Target

2463

32. Blatt

100000538

Katalysatortypen:

Kat.Nr.	Träger	Ni %	Cu %	Co %	Cr %	Ag %	J %	Cl %	Mn %	geb. bei 0°C	Red. Gas	Red. Temp. °C	Vorgabe	Argand. zu Versuch
7245	Bimstein	13,4	3,8	-	-	-	5,0	-	-	320	H <sub>2</sub>	389	)	1125
7246	Kieselgel	15,9	4,2	-	-	-	6,8	-	-	320	H <sub>2</sub>	360	)	1122, 1179
7247	Kieselsträngen	15,7	4,6	-	-	-	5,5	-	-	320	H <sub>2</sub>	320	)	1108, 1218
7249	Kieselgel	16,0	-	-	-	2,7	0,2	-	-	320	H <sub>2</sub>	320	)	1234
7250	Kieselsträngen	17,1	-	-	-	3,9	1,1	-	-	320	H <sub>2</sub>	320	)	1243
7567/1	Kieselgel	18,5	0,7	-	-	-	2,3	-	-	320	H <sub>2</sub>	320	)	1200, 1206
7567/2	Kieselgel	18,2	0,7	-	-	-	2,4	-	-	320	H <sub>2</sub>	320	)	1212
7469	Kieselsträngen	-	ca. 15,0	-	-	-	5-6,0	-	-	300 gen.	H <sub>2</sub>	220	)	1280
7261	Kieselgel	-	4,2	-	-	-	5,8	-	-	500	H <sub>2</sub>	220	)	1064, 1087
7260	Bimstein	-	3,6	-	-	-	7,2	-	-	300	H <sub>2</sub>	220	)	1076, 1086
7949	Kieselsträngen	14,6	4,9	-	-	-	3,0	-	-	320	H <sub>2</sub>	320	)	1382
7949	Kieselsträngen	11,0	3,7	-	-	-	3,0	-	-	320	H <sub>2</sub>	320	)	Ofen T <sub>51</sub> / T <sub>41</sub>
7979	Kieselsträngen	5,8	4,2	-	-	-	5,4	-	-	320	H <sub>2</sub>	320	)	1385 / 88 Ofen T <sub>52</sub>
8119	Kieselsträngen	15,0	3,0	-	-	-	-	-	-	350	H <sub>2</sub>	320	)	1400, 1405, 1417
													)	1630, 1631, 1846, 1856

Mikro aufgetragen, gemuffelt, reduziert mit alkoholischer Jodlösung behandelt

Alkohol-Lösung über red.Katalysator 100 g Kat. 10 g J

wie 7469

wie 7469

wie 7469

wie 7469

5% Cu auf Mikro, red., Jodiert, getrocknet, Ni-acetat aufgetragen

red. Cu-Mikro Ni-M-Strat gemuffelt

Kat.Nr.	Träger	Ni %	Cu %	Co %	Cr %	Zn %	J %	Cl %	Mn %	gemittelte o. C	Red. Gas	Red. Temp. °C	Herstellung	Angewands zu Versuch
1	Kieselsträngen	19,3	2,7	-	-	-	4,0	-	-	trocknen 200	CO	270	CuJ in NH <sub>3</sub> gel. Ni-formiat in NH <sub>3</sub>	1241
2	Kieselgel	10,4	2,3	-	-	-	3,0	-	-	trocknen 200	CO	270	wie 1)	1225
3	Al porbe	ca. 10,0	ca. 2,5	-	-	-	ca. 7,5	-	-	300	H <sub>2</sub>	270	10 % CuJ in NH <sub>3</sub> gel. Ni-formiat in NH <sub>3</sub> (ber. als 10 % Ni.)	1207
4	Kieselgel	7,8	2,3	-	-	-	3,5	-	-	trocknen	H <sub>2</sub>	270	10 % CuJ in NH <sub>3</sub> Ni-formiat in NH <sub>3</sub>	1240
5	Kieselgel BS	7,8	2,5	-	-	-	ca. 3,5	-	-	trocknen	H <sub>2</sub>	270	wie oben	
6	Kieselsträngen	7,8	2,3	-	-	-	ca. 3,5	-	-	trocknen	H <sub>2</sub>	270	wie oben	1255
7	Tierkohle	ca. 7,8	2,3	-	-	-	ca. 3,5	-	-	trocknen	CO	300	wie oben	1285
8	Kieselgel	ca. 7,8	6,0	-	-	-	-	ca. 3,0	-	trocknen	CO	300	16,7 g CuCl in NH <sub>3</sub> 59,0 g Ni(CO) <sub>3</sub> als Formiat in NH <sub>3</sub> auf 440 g Kiesel	
9	Kieselgel	ca. 7,8	6,0	-	-	-	-	ca. 3,0	-	trocknen	CO	300	16,7 g CuCl in NH <sub>3</sub> 9,0 g NiCl 59,0 g Ni(CO) <sub>3</sub>	1287
10 a	Kieselsträngen	11,2	3,4	-	-	-	5,7	-	-	250-300	H <sub>2</sub>	300	CuJ in NH <sub>3</sub> gel. Ni-formiat in NH <sub>3</sub>	1341 1351 1367
10 b	Kieselsträngen	10,6	3,1	-	-	-	4,5	-	-	250-300	CO	300	"	1353 1356 1375
11	Kieselsträngen	-	1,3	-	-	-	2,2	-	-	getrocknet	H <sub>2</sub>	300	CuJ in NH <sub>3</sub> gelöst auf Kieselstränge aufgestaut	Offen-Versuch
12	Kieselsträngen	4,2	1,3	-	-	0,2	1,8	-	-	200 getrocknet	H <sub>2</sub>	300	CuJ in NH <sub>3</sub> Ni-formiat in NH <sub>3</sub> Zn-formiat in NH <sub>3</sub>	1344
13	Kieselsträngen	-	4,4	-	-	-	6,7	-	-	300 genuffelt	H <sub>2</sub>	200	Cu NO <sub>3</sub> genuffelt 640 red., bei 200° mit Jod behandelt	

Kate.Nr.	Träger	Ni %	Cu %	Co %	Cr %	Zn %	J %	Cl %	Mn %	gem. bei O°C	Red. Gas	Red. Temp. °C	Herstellung	Anwendung in Versuch
15	K'istr.	12,3	3,6	-	-	-	0,3	-	-	350	CO	350	CuJ in NH <sub>3</sub> gelöst Ni-fermat in NH <sub>3</sub> gelöst	1377; Ofen T <sub>2</sub> A <sub>1</sub>
15	K'istr.	12,3	3,6	-	-	-	2,8	-	-	350	H <sub>2</sub>	350		1379; Ofen T <sub>2</sub> A <sub>2</sub>
16	K'istr.	9,1	5,1	-	-	-	7,1	-	-	-	H <sub>2</sub>	350	Kat. 15 auf je 100 g 50 g Ni-acetat	1399, 1390
17	K'istr.	-	3,5	-	-	-	5,7	-	-	350	H <sub>2</sub>	320	Cu(NO <sub>3</sub> ) <sub>2</sub> gemuffelt, nachträglich getrocknet	T <sub>2</sub> A <sub>2</sub> -Ofen
19	K'istr.	12,1	5,0	-	-	-	-	1,3	-	300	H <sub>2</sub>	320	CuCl in NH <sub>3</sub> Ni-fermat in NH <sub>3</sub>	1422
20	K'istr.	9,6	9,7	-	-	-	-	1,0	-	300	H <sub>2</sub>	320	CuCl in NH <sub>3</sub> Ni-fermat in NH <sub>3</sub> Cu in NH <sub>3</sub>	1410
21 (8069)	K'istr.	-	5,0	-	-	-	3,0	-	-	getr.	-	-	Cu auf K'istr.	
22	K'istr.	-	3,5	-	-	-	5,7	-	-	getr.	-	-	Kat. 17, in der Bombe mit Ni(CO) <sub>4</sub> behandelt	1418; Ofen T <sub>2</sub> A <sub>1</sub>
23 (7979)	K'istr.	-	3,7	13,1	-	-	0,5	-	-	250	H <sub>2</sub>	320	CuJ auf K'istr. Co-acetat in NH <sub>3</sub>	1423
24 (7979)	K'istr.	-	3,0	10,3	-	-	0,8	-	-	250	H <sub>2</sub>	320	CuJ auf K'istr. Co-acetat	
25	K'istr.	-	4,0	11,2	-	-	0,3	-	-	250	H <sub>2</sub>	320	CuJ auf K'istr. Co-fermat in NH <sub>3</sub>	1456, 1489 Ofen T <sub>2</sub> A <sub>1</sub>
26	K'istr.	9,9	5,2	-	-	-	-	2,1	-	250	H <sub>2</sub>	300	CuCl in NH <sub>3</sub> Ni-fermat in NH <sub>3</sub>	Ofen T <sub>2</sub> A <sub>1</sub>
27	K'istr.	7,9	2,3	-	-	-	1,5	-	-	250	H <sub>2</sub>	320	CuJ auf K'istr. Kat. B1 Ni-acetat in NH <sub>3</sub>	Ofen T <sub>2</sub> A <sub>1</sub>
27 M	K'istr.	10,9	4,3	-	-	-	0,7	-	-	250	H <sub>2</sub>	300		1450; Ofen T <sub>2</sub> A <sub>2</sub>
28	K'istr.	14,5	5,2	-	0,7	-	3,1	-	-	320	H <sub>2</sub>	320	Ni Cu Cr auf K'istr. bei 350° red. mit Jod in Alk. behandelt.	1436, 1440, 1441, 1464 Ofen T <sub>2</sub> A <sub>1</sub>
28	K'istr. 3539 c red.	16,6	4,7	-	0,86	-	-	-	-	320	H <sub>2</sub>	320		1435, 1439, 1442, 1447, 1450, 1472, 1473, 1477, 1497, 1506, 1535, 1556, 1564, 1579, 1593, 1624, 1626, 1644, 1649, 1653, 1675, 1683, 1714, 1728 Ofen T <sub>2</sub> A <sub>1</sub> , T <sub>2</sub> A <sub>2</sub>

100000541

BAG Target

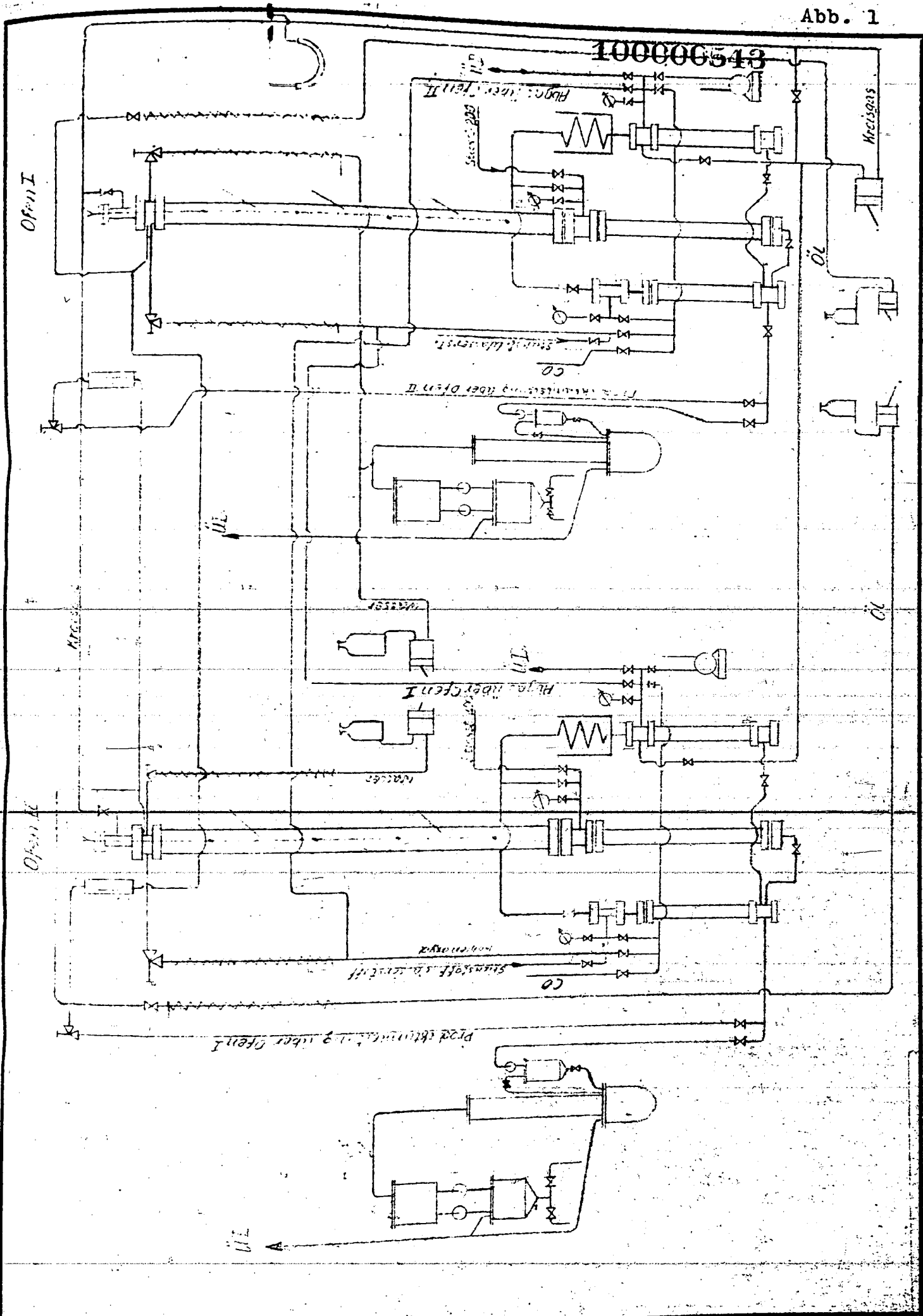
2463 - 01/01/03

Kat.Nr.	Träger	NI %	Cu %	Co %	Cr %	Zn %	J %	Cl %	Mn %	geb. bei °C	Red. Gas.	Red. Temp. °C	Herstellung	Aggregatzustand
29	K'istr.	8,5	5,3	-	1,4	-	-	-	-	250	H <sub>2</sub>	310	CuCl, Ni-formiat, CrO <sub>3</sub> in NH <sub>3</sub>	1400
30	K'istr.	-	3,5	-	-	-	5,7	-	-	-	-	-	Kat. 17 in der Bgbe mit Ni(NO <sub>3</sub> ) <sub>2</sub> behandelt	61349 oben T <sub>124</sub>
31	K'istr.	10,1	4,9	-	1,5	-	-	0,5	-	350	H <sub>2</sub>	350	Ni(NO <sub>3</sub> ) <sub>2</sub> , CuCl, CrO <sub>3</sub>	1280
32	K'istr.	-	7,4	-	-	-	-	4,5	-	300	-	-	CuCl in NH <sub>3</sub>	1406
33	K'istr.	8,7	5,3	-	2,2	-	-	1,8	-	250	H <sub>2</sub>	310	CuCl, Ni-formiat, CrO <sub>3</sub> in NH <sub>3</sub>	1479
34	K'istr.	15,0	5,0	-	-	-	-	-	0,7	350	H <sub>2</sub>	350	-	-
35	K'istr.	13,7	4,5	-	0,86	-	jediert	-	-	350	H <sub>2</sub>	320	1 kg Cu Ni Cr auf K'istr. mit 100 g J behandelt	-
37	K'igol	20,8	2,6	-	-	-	-	-	-	350	H <sub>2</sub>	350	-	1500, 1800 Offen T <sub>104</sub>
39	K'igol	6,3	4,4	ca. 6,0	0,7	-	-	-	-	450	H <sub>2</sub>	350	-	1661
40	K'igol	6,5	4,4	ca. 6,0	0,5	-	-	-	-	450	H <sub>2</sub>	350	-	1663
41	K'igol	-	3,0	-	-	-	-	-	-	300	H <sub>2</sub>	220	-	1678
42	K'igol	15,0	5,0	-	0,7	-	-	-	-	350	H <sub>2</sub>	350	-	Offen T <sub>114</sub> , T <sub>124</sub>
43	K'igol	15,0	5,0	-	0,7	-	jediert	-	-	350	H <sub>2</sub>	350	3 kg Katalysator red. mit 100 g J behandelt	Offen T <sub>112</sub> , T <sub>144</sub>
44	K'igol	13,2	4,5	-	-	-	-	-	-	350	H <sub>2</sub>	320	-	Offen T <sub>171</sub>
45	K'igol	16,5	4,7	-	1,5	-	-	-	-	350	H <sub>2</sub>	320	-	Offen T <sub>143</sub>

Übersicht über die verwendeten Katalysatoren.

Vers.	Kat.	Vers.	Kat.	Vers.	Kat.
1226	7247	1389	16	1562	37/red.
1241	7247	1390	16	1564	28/o red.
1280	7469	1405	7979	1498	28/o red.
1341	10	1418	22	1497	28/o red.
	H <sub>2</sub> red.	1426	28/o	1569	37/red.
1344	12		jod.	1683	28/o red.
1353	10	1429	27	1575	28/o red.
	CO red.	1434	30	1593	28/o red.
1360	10	1440	28/c	1714	28/c red.
	CO red.		jod.	1669	28/c red.
1064	7261	1441	28/c	1668	28/o red.
1087	7261		jod.	1615	41
1122	7246	1466	28/o	1679	28/o red.
1179	7246		jod.	1728	28/o red.
1088	7260	1410	20	1624	28/o red.
1125	7245	1422	19	1630	8119
1265	7	1448	29	1631	8119
1351	10	1456	26	1662	28/c red.
	H <sub>2</sub> red.	1495	26	1628	28/o red.
1356	10	1496	32	1435	28/o red.
	CO red.	1529	31	1438	28/c red.
1367	10	1444	28/o	1417	7979
	H <sub>2</sub> red.		red.	1423	23
1375	10	1449	28/o	1661	39
	CO red.		red.	1663	40
1377	15	1450	28/o		
	CO red.		red.		
1379	15	1472	28/o		
	H <sub>2</sub> red.		red.		
1382	7949/1	1475	28/o		
1383	10		red.		
	H <sub>2</sub> red.	1477	28/o		
1385	7949/2		red.		
	jod.	1479	34/red.		
1396	10				
	H <sub>2</sub> red.	1535	28/o		
1400	7979		red.		
1388	7949	1559	28/c		
			red.		

Abb. 1



Bericht Dr. Schlenk

Bericht Dr. Pistor

I. G. Farbenindustrie Aktiengesellschaft  
 Ludwigshafen am Rhein  
 Tag 16.1.41 Name Pfeider

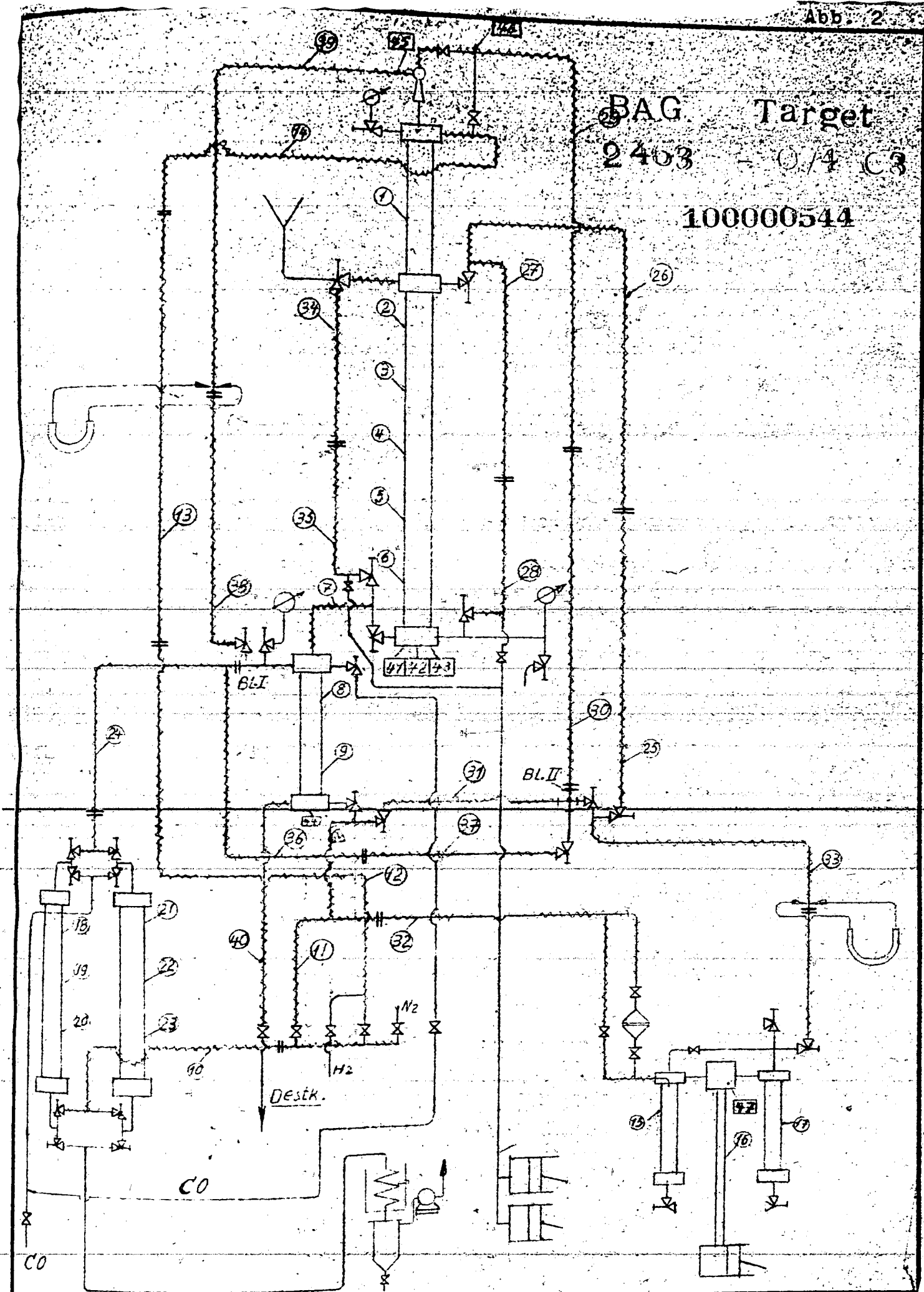
Maßst. — Gegenstand: Flüssigkeit über Ofen I  
 Uraberrichtung nach DIN 39

HL 2717



BAG Target  
2403 - 0/4 C3

100000544



Bericht Dr. Schlenk

Bericht Dr. Pistor

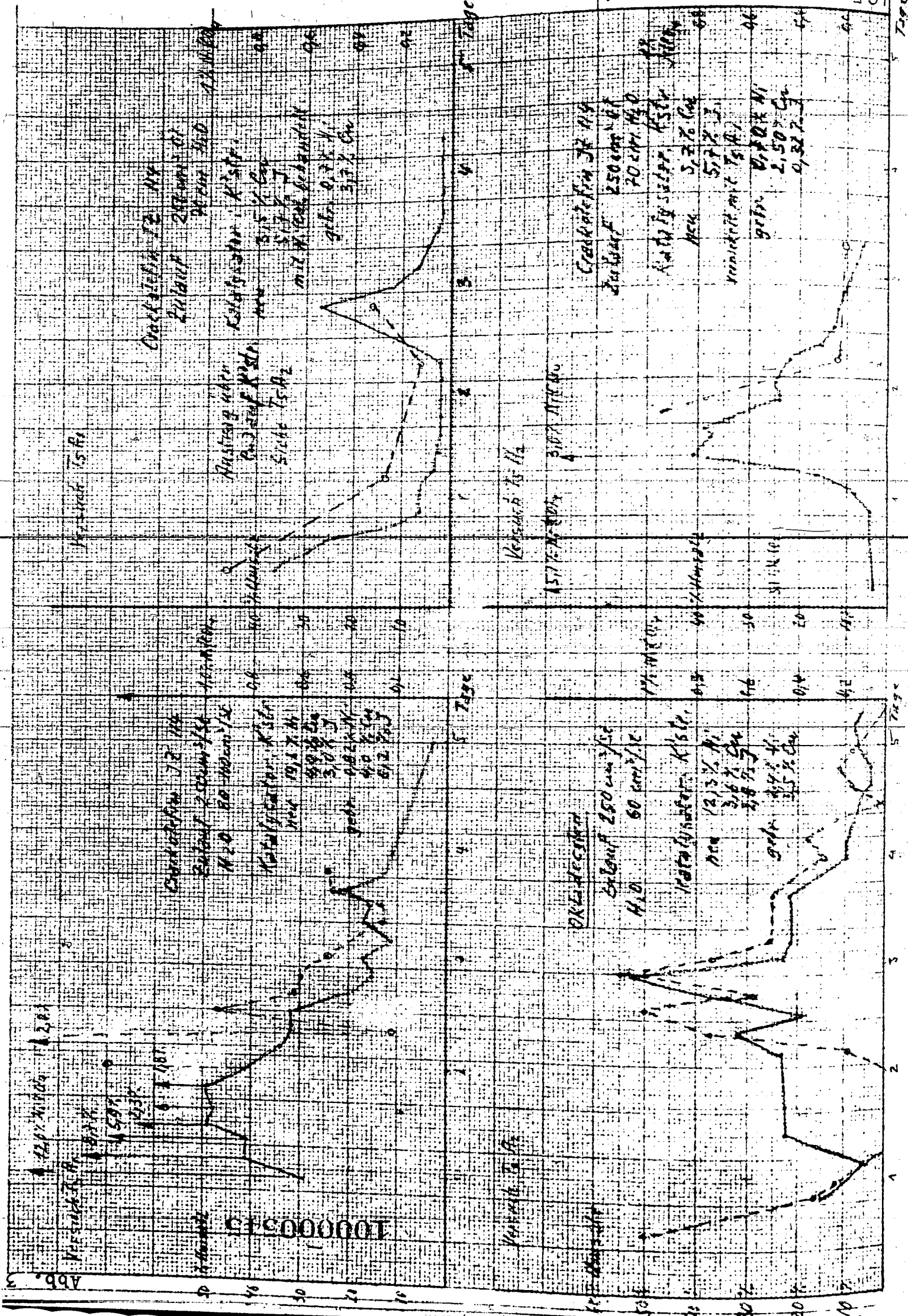
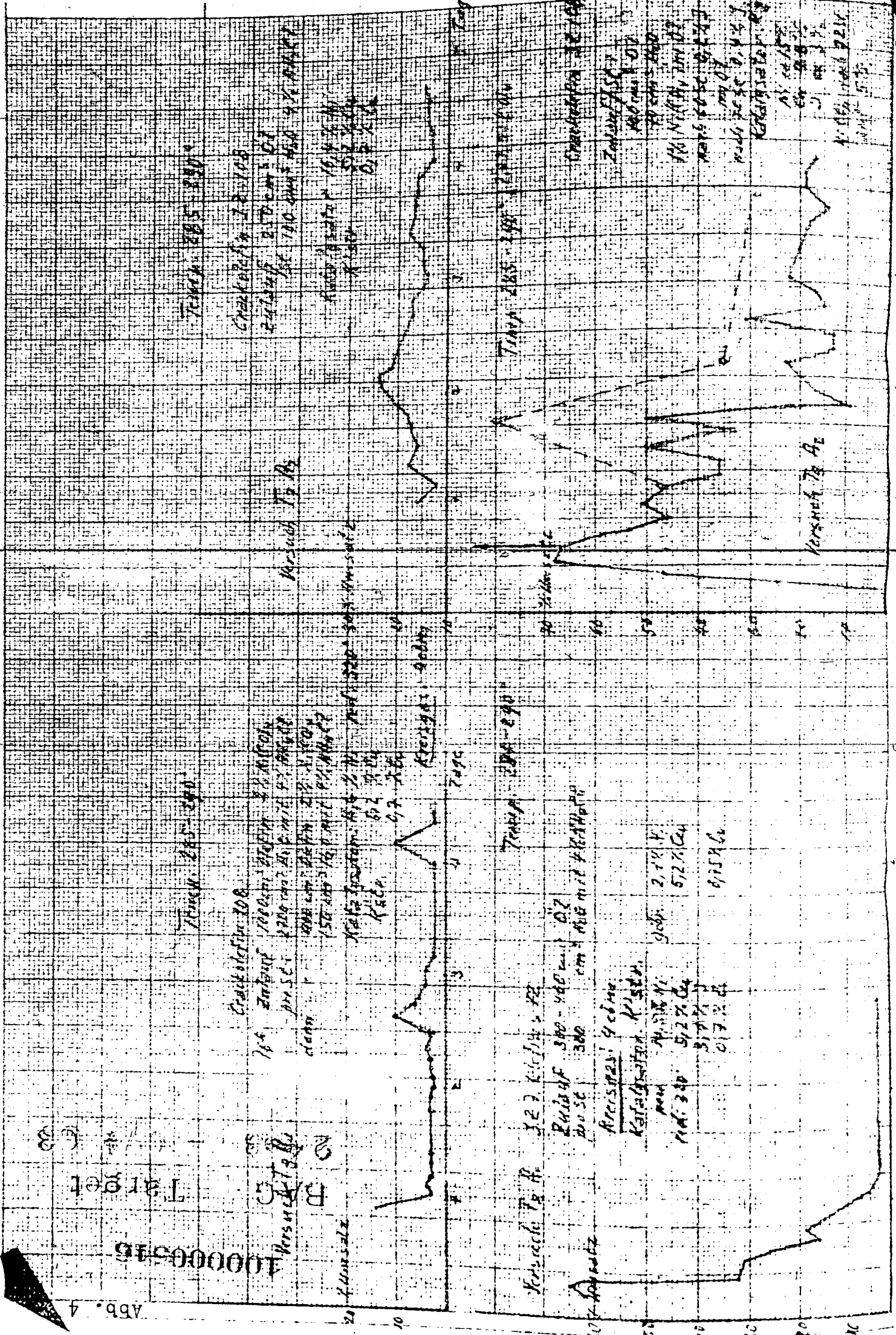
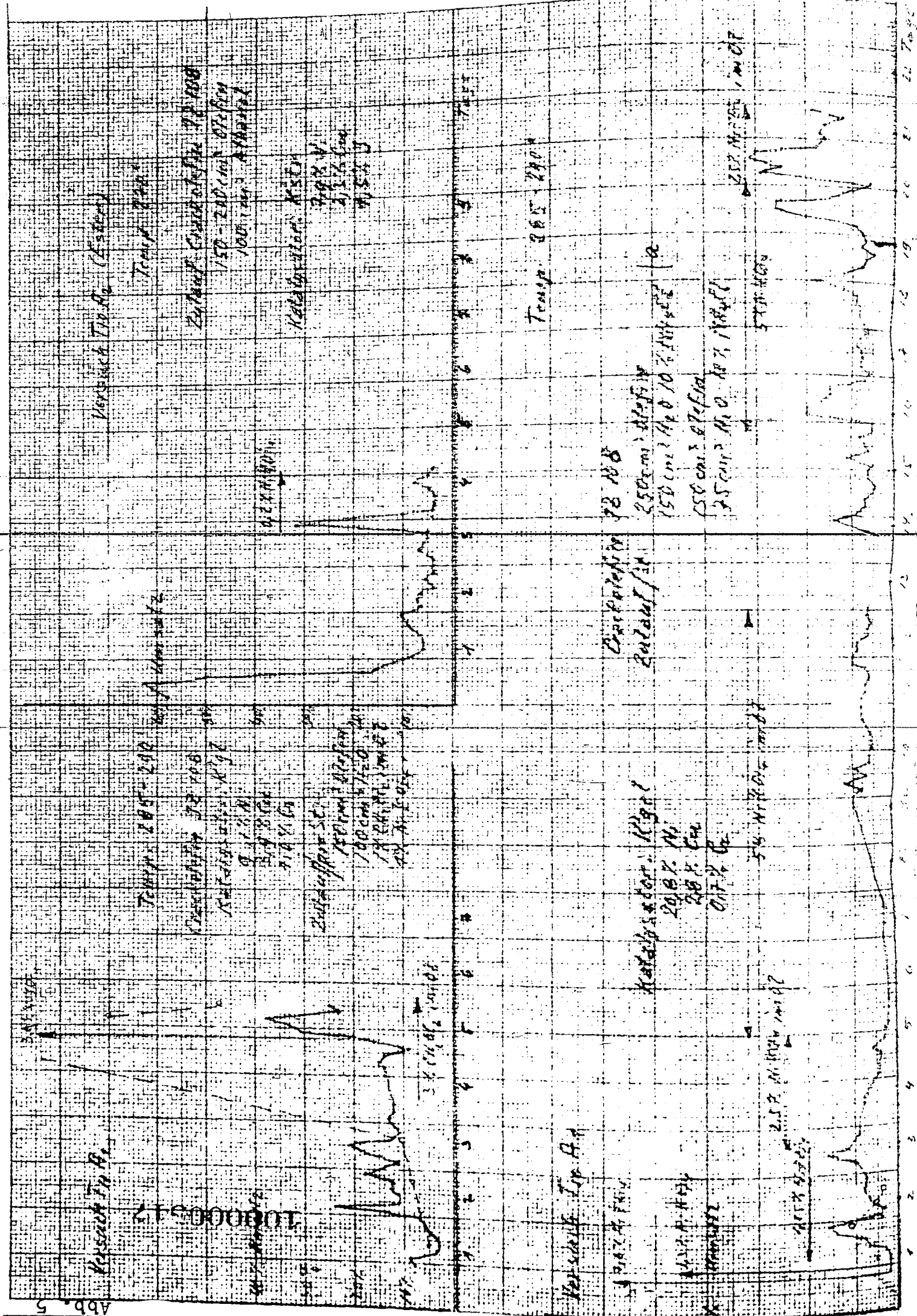
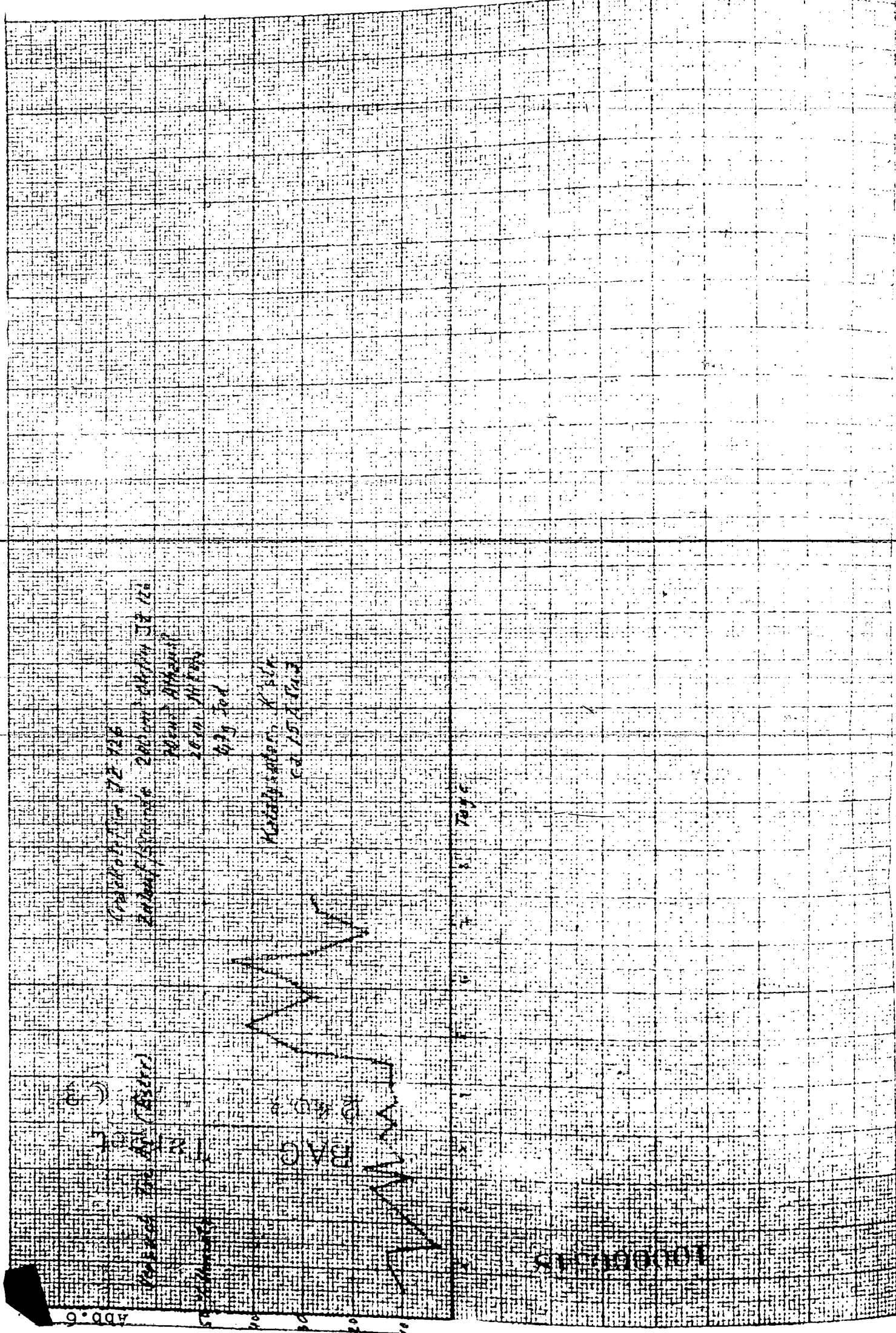


Abb. 3





Gründungsart angeschlossen  
Lagerstätte a. Rhein.



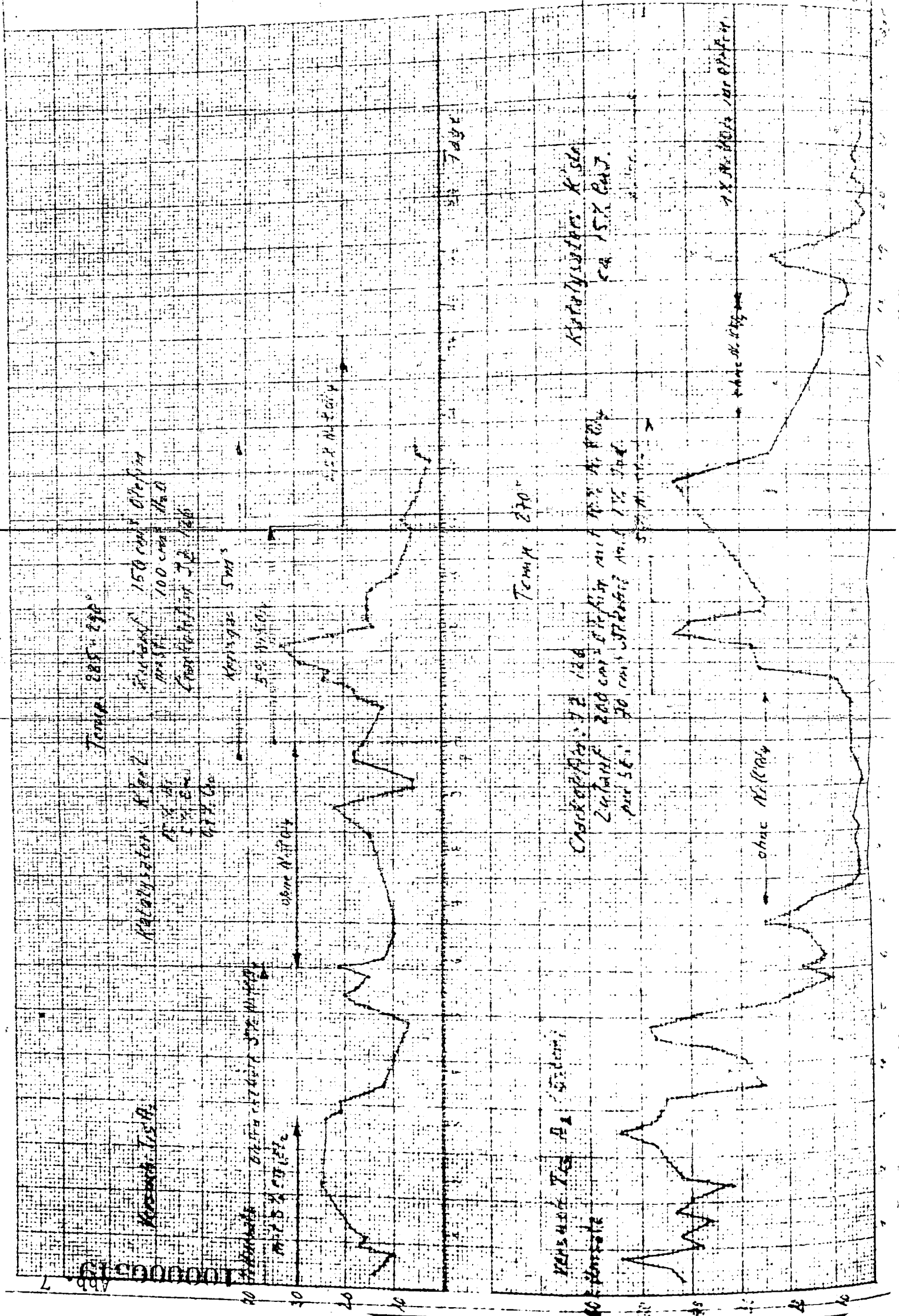


Abb. 7a

Verfahren 70 Hz (Transferrins)

2000000

18. APRIL 1957

10000000

