

3413 - 1
Deutsche Gold- und Silber-
Scheideanstalt vormals Roessler

Abt. FORSCHUNG

00000000

Nr. 2292/0
Frankfurt a. M., den 22.7.1941

Lab. org. Dr. Bay./Schbg.

LABORATORIUMSBERICHT Nr. 2292 / 0

Thema: 4. Mitteilung: Methanolsynthese mit einem ternären Zn-Mn-Cr-Kontakt. (in 2)

Bearbeiter: Dr. Bayer

Sichworte: Methanolsynthese.

Zusammenfassung

Es werden einige Versuche mit einem ternären Zn-Cr-Mn-Katalysator ausgeführt. Der Katalysator ist sehr aktiv. Auffallend ist die hohe Ausbeute an höheren Alkoholen an diesem nicht alkalisierten Katalysator.

Verteilung: Postzimmer T. L., Dr. Schulenburg, Dr. Wiesler,
Dr. Bugge gegen Rückgabe, Dr. Bayer.

Prof. Dr. Fuchs

desgl. (nur Z): Z. S. V. Dr. v. Retze, Patent-Abt. Dir. Dr. Baerwind leihweise.

Herstellung des Katalysators:

392 g Zinkacetat, 62,5 g CrO₃ und 143 g Mangannitrat wurden gelöst und gemeinsam mit NH₃ gefällt, filtriert, gewaschen und nach dem Trocknen Presslinge hergestellt.

Die Analyse ergab:

60,6 % ZnO
21,9 % MnO
16,2 % CrO₃,
entspr. 4,6 ZnO : 1,9 MnO : 1 CrO₃.

Die Ergebnisse mit diesem Katalysator sind in der Tabelle 1 wieder gegeben:

Tabelle 1:

Nr. (Mn2)	Temp.	60 ccm Mn ₂		250 atü		
		RG	D ₄ ¹⁵	g CH ₃ OH /h	g CH ₃ OH /h/Lit.	g CH ₃ OH m ³
1	350	11700	0,8139	64,7	1079	114,5
2	375	11550	0,8130	56,0	934	97,5
3	400	10550	0,8778	40,3	672	73,3
4	400	19050	0,8205	68,5	1145	68,5

Diese Ergebnisse sind in Fig. 1 und Fig. 1a graphisch dargestellt.

Die Aktivität übertrifft den binären Zn-Cr-Katalysator "Stal", der bei RG ca. 10.000 und 375°C ca. 720 g/h/Lit. leistet, gegenüber ca. 950 g/h/Lit. bei Mn₂ (geschätzter Wert).

Die vereinigten Kondensate der Versuche hatten folgende Eigenschaften:

D ₄ ¹⁵	0,8178
freie Säure	0,2 %
gebundene Säure	0,7 %
Aldehyde	0,1 %
Aceton	0,2 %

00000002

- 3 -

Die fraktionierte Destillation von 420 ccm ergab das bemerkenswerte Resultat, dass 25 ccm (= 6% Vol.) "Isobutylöle" und 28 ccm Wasser entstanden waren. Die Destillation der nach dem Trocknen mit K_2CO_3 übrig bleibenden 25 ccm Öl ergab:

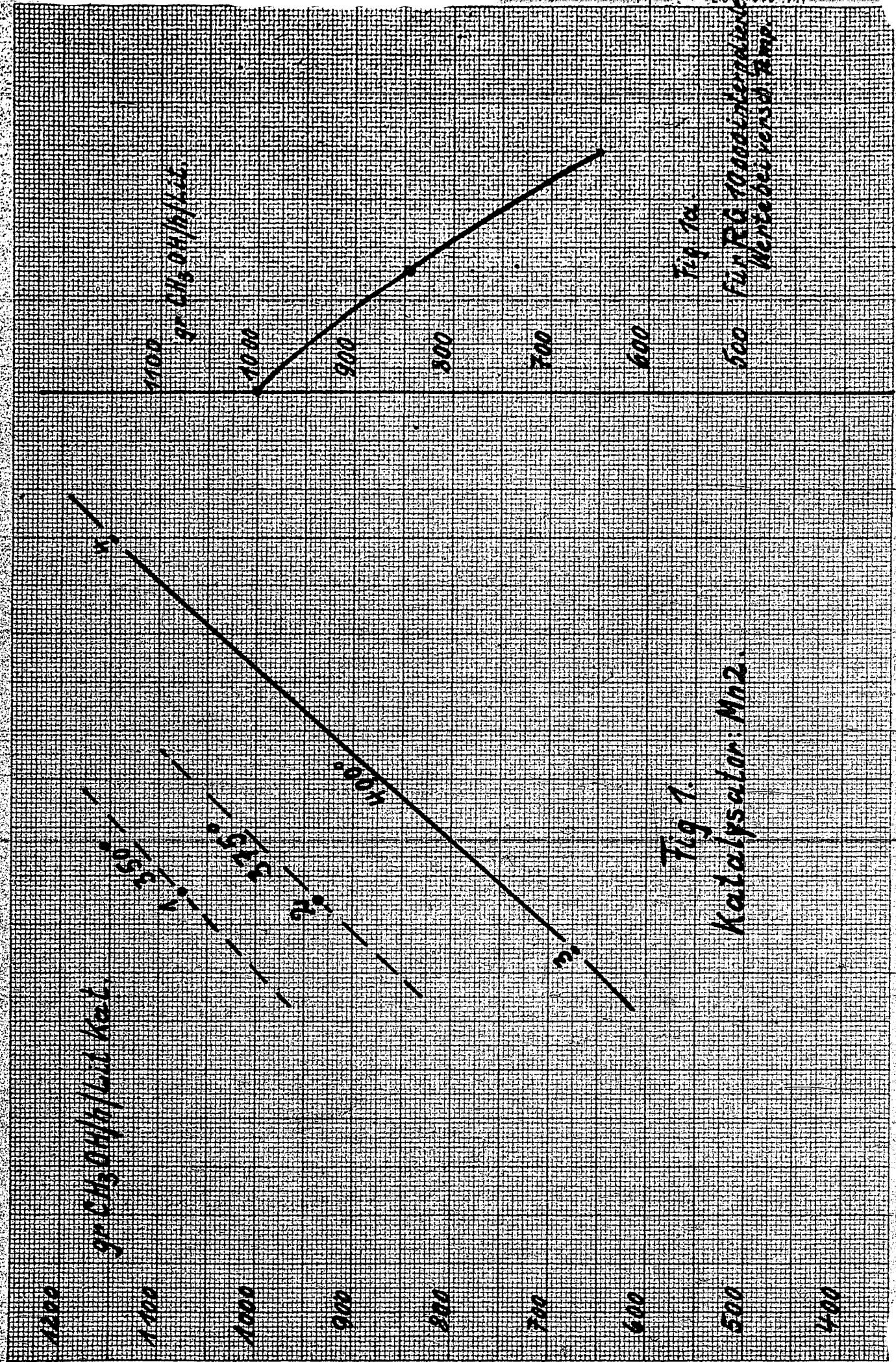
bis 79°	1,5 ccm
79-85°	1,1 ccm
85-89°	1,0 ccm
89-94°	0,5 ccm
94-102°	0,0 ccm
101-101°	13,5 ccm
über 110°	6,5 ccm.

Die Isobutanolfraktion umfasst also 3,2 % Vol. des Rohproduktes. Dagegen scheint n-Propanol völlig oder fast völlig zu fehlen. (Die Fraktion 85-89° könnte das azeotrope Gemisch enthalten). Das Verhältnis C_4 : höher als C_4 beträgt ca. 2,1.

Die hohe Ausbeute an Isobutylalkohol bei einem nicht alkalisierten auch nicht mit Alkali, sondern mit NH_3 -gefälltem Katalysator, ist bemerkenswert.

~~Es sollen gegebenenfalls Versuche mit einem alkalisierten Katalysator von sonst ähnlicher Zusammensetzung gemacht werden.~~

00000003



5000 10000 15000 20000 3500 3750 4000

→ Baumgeschwindigkeit.

→ Temp.

Fig 1.
Katalysator: Mn_2O_7

Fig 1a
Für PbO 10000 und 12000
Nicht bei sonst 2000

A. 4. 210 x 297 mm