

000386

3440 - 30/5.01 - 95

Dealcoholisation of

Alcohol - Hydrocarbon Mixtures

















3. Kontinuierlicher Entanobolierungsversuch von Kohlenkieselsäureol  
 Nr.: 1959. 111 - 20; 112 - 8; 12 - ; Seifenlösung 10%  
 000394 Stufe I

| Tg | 000 | Seifen Menge | Seifenlösung |       | Seifenlösungs-<br>Anzahl | Seifenlösungs-<br>Anzahl | Seifenlösungs-<br>Anzahl | Seifenlösungs-<br>Anzahl | Seifenlösungs-<br>Anzahl | Seifenlösungs-<br>Anzahl | Seifenlösungs-<br>Anzahl | Seifenlösungs-<br>Anzahl |
|----|-----|--------------|--------------|-------|--------------------------|--------------------------|--------------------------|--------------------------|--------------------------|--------------------------|--------------------------|--------------------------|
|    |     |              | mg/l         | ml    |                          |                          |                          |                          |                          |                          |                          |                          |
| 10 | 20  | 1590         | 205          | 1:245 | 7                        | 535                      | 208                      | -                        | -                        | -                        | -                        | -                        |
| 11 | 20  | 1385         | 350          | 1:21  | 6                        | 410                      | 210                      | -                        | -                        | -                        | -                        | -                        |
| 12 | 20  | 1470         | 250          | 1:25  | 4                        | 219                      | 250                      | -                        | -                        | -                        | -                        | -                        |
| 13 | 20  | 1000         | 250          | 1:31  | 5                        | 308                      | 250                      | -                        | -                        | -                        | -                        | -                        |
| 14 | 20  | 1310         | 250          | 1:29  | 6                        | 389                      | 286                      | -                        | -                        | -                        | -                        | -                        |
| 15 | 20  | 1390         | 210          | 1:28  | 6                        | 385                      | 287                      | -                        | -                        | -                        | -                        | -                        |
| 16 | 20  | 1090         | 250          | 1:31  | 6                        | 330                      | 260                      | -                        | -                        | -                        | -                        | -                        |
| 17 | 20  | 1275         | 250          | 1:30  | 6                        | 347                      | 242                      | -                        | -                        | -                        | -                        | -                        |
| 18 | 20  | 1175         | 250          | 1:26  | 6                        | 321                      | 230                      | -                        | -                        | -                        | -                        | -                        |
| 19 | 20  | 925          | 240          | 1:4   | 5.5                      | 252                      | 248                      | -                        | -                        | -                        | -                        | -                        |
| 20 | 20  | 1190         | 150          | 1:29  | 6.3                      | 455                      | 245                      | -                        | -                        | -                        | -                        | -                        |
| 21 | 20  | 1165         | 250          | 1:33  | 5.5                      | 344                      | 248                      | -                        | -                        | -                        | -                        | -                        |
| 22 | 20  | 1045         | 235          | 1:30  | 5.8                      | 4304                     | 248                      | -                        | -                        | -                        | -                        | -                        |

= 74% Alkohol aufreinigung.

= 40,6% von eingetrockneter Alkoholmenge

2. Kontinuierlicher Entalkoholierungsversuch  
 von Kobaltkristallacetatöl Nr. 20  
 Dzo = 0.269; Seifenlösung 10%

000395

| 39   | I. Stufe (Örntalholungs) |        | II. Stufe (Entalkoholierung der Seifenlösung) |             |       |              |
|------|--------------------------|--------|---|-------------|-------|--------------|
|      | SLAUS                    | Örntal | SLAUS   | Entalk.     | Dzo   | Seifenlösung |
| 100  | 825                      | -      | -   | -           | -     | -            |
| 100  | 800                      | 75     | 0   | 1:2.7       | -     | -            |
| 100  | 800                      | 75     | -   | 1:2.9       | -     | -            |
| 110  | 795                      | 160    | -   | 1:1.3       | -     | 57.31        |
| 120  | 785                      | 200    | -   | 1:1.4       | -     | -            |
| 130  | 775                      | 210    | 65  | 1:1.3       | -     | -            |
| 140  | 765                      | 180    | 65  | 1:3.0       | -     | -            |
| 150  | -                        | -      | -   | Ölprobe 9.5 | -     | -            |
| 160  | 760                      | 180    | 110   | 1:2         | 14.1  | 0.1          |
| 170  | 755                      | 1470   | 740   | 1:2         | 4.702 | 0.1          |
| 180  | 750                      | 1470   | 740   | 1:2         | 5.2   | 0.1          |
| 190  | 745                      | 1470   | 740   | 1:2         | 5.2   | 0.1          |
| 200  | 740                      | 1470   | 740   | 1:2         | 5.2   | 0.1          |
| 210  | 735                      | 1470   | 740   | 1:2         | 5.2   | 0.1          |
| 220  | 730                      | 1470   | 740   | 1:2         | 5.2   | 0.1          |
| 230  | 725                      | 1470   | 740   | 1:2         | 5.2   | 0.1          |
| 240  | 720                      | 1470   | 740   | 1:2         | 5.2   | 0.1          |
| 250  | 715                      | 1470   | 740   | 1:2         | 5.2   | 0.1          |
| 260  | 710                      | 1470   | 740   | 1:2         | 5.2   | 0.1          |
| 270  | 705                      | 1470   | 740   | 1:2         | 5.2   | 0.1          |
| 280  | 700                      | 1470   | 740   | 1:2         | 5.2   | 0.1          |
| 290  | 695                      | 1470   | 740   | 1:2         | 5.2   | 0.1          |
| 300  | 690                      | 1470   | 740   | 1:2         | 5.2   | 0.1          |
| 310  | 685                      | 1470   | 740   | 1:2         | 5.2   | 0.1          |
| 320  | 680                      | 1470   | 740   | 1:2         | 5.2   | 0.1          |
| 330  | 675                      | 1470   | 740   | 1:2         | 5.2   | 0.1          |
| 340  | 670                      | 1470   | 740   | 1:2         | 5.2   | 0.1          |
| 350  | 665                      | 1470   | 740   | 1:2         | 5.2   | 0.1          |
| 360  | 660                      | 1470   | 740   | 1:2         | 5.2   | 0.1          |
| 370  | 655                      | 1470   | 740   | 1:2         | 5.2   | 0.1          |
| 380  | 650                      | 1470   | 740   | 1:2         | 5.2   | 0.1          |
| 390  | 645                      | 1470   | 740   | 1:2         | 5.2   | 0.1          |
| 400  | 640                      | 1470   | 740   | 1:2         | 5.2   | 0.1          |
| 410  | 635                      | 1470   | 740   | 1:2         | 5.2   | 0.1          |
| 420  | 630                      | 1470   | 740   | 1:2         | 5.2   | 0.1          |
| 430  | 625                      | 1470   | 740   | 1:2         | 5.2   | 0.1          |
| 440  | 620                      | 1470   | 740   | 1:2         | 5.2   | 0.1          |
| 450  | 615                      | 1470   | 740   | 1:2         | 5.2   | 0.1          |
| 460  | 610                      | 1470   | 740   | 1:2         | 5.2   | 0.1          |
| 470  | 605                      | 1470   | 740   | 1:2         | 5.2   | 0.1          |
| 480  | 600                      | 1470   | 740   | 1:2         | 5.2   | 0.1          |
| 490  | 595                      | 1470   | 740   | 1:2         | 5.2   | 0.1          |
| 500  | 590                      | 1470   | 740   | 1:2         | 5.2   | 0.1          |
| 510  | 585                      | 1470   | 740   | 1:2         | 5.2   | 0.1          |
| 520  | 580                      | 1470   | 740   | 1:2         | 5.2   | 0.1          |
| 530  | 575                      | 1470   | 740   | 1:2         | 5.2   | 0.1          |
| 540  | 570                      | 1470   | 740   | 1:2         | 5.2   | 0.1          |
| 550  | 565                      | 1470   | 740   | 1:2         | 5.2   | 0.1          |
| 560  | 560                      | 1470   | 740   | 1:2         | 5.2   | 0.1          |
| 570  | 555                      | 1470   | 740   | 1:2         | 5.2   | 0.1          |
| 580  | 550                      | 1470   | 740   | 1:2         | 5.2   | 0.1          |
| 590  | 545                      | 1470   | 740   | 1:2         | 5.2   | 0.1          |
| 600  | 540                      | 1470   | 740   | 1:2         | 5.2   | 0.1          |
| 610  | 535                      | 1470   | 740   | 1:2         | 5.2   | 0.1          |
| 620  | 530                      | 1470   | 740   | 1:2         | 5.2   | 0.1          |
| 630  | 525                      | 1470   | 740   | 1:2         | 5.2   | 0.1          |
| 640  | 520                      | 1470   | 740   | 1:2         | 5.2   | 0.1          |
| 650  | 515                      | 1470   | 740   | 1:2         | 5.2   | 0.1          |
| 660  | 510                      | 1470   | 740   | 1:2         | 5.2   | 0.1          |
| 670  | 505                      | 1470   | 740   | 1:2         | 5.2   | 0.1          |
| 680  | 500                      | 1470   | 740   | 1:2         | 5.2   | 0.1          |
| 690  | 495                      | 1470   | 740   | 1:2         | 5.2   | 0.1          |
| 700  | 490                      | 1470   | 740   | 1:2         | 5.2   | 0.1          |
| 710  | 485                      | 1470   | 740   | 1:2         | 5.2   | 0.1          |
| 720  | 480                      | 1470   | 740   | 1:2         | 5.2   | 0.1          |
| 730  | 475                      | 1470   | 740   | 1:2         | 5.2   | 0.1          |
| 740  | 470                      | 1470   | 740   | 1:2         | 5.2   | 0.1          |
| 750  | 465                      | 1470   | 740   | 1:2         | 5.2   | 0.1          |
| 760  | 460                      | 1470   | 740   | 1:2         | 5.2   | 0.1          |
| 770  | 455                      | 1470   | 740   | 1:2         | 5.2   | 0.1          |
| 780  | 450                      | 1470   | 740   | 1:2         | 5.2   | 0.1          |
| 790  | 445                      | 1470   | 740   | 1:2         | 5.2   | 0.1          |
| 800  | 440                      | 1470   | 740   | 1:2         | 5.2   | 0.1          |
| 810  | 435                      | 1470   | 740   | 1:2         | 5.2   | 0.1          |
| 820  | 430                      | 1470   | 740   | 1:2         | 5.2   | 0.1          |
| 830  | 425                      | 1470   | 740   | 1:2         | 5.2   | 0.1          |
| 840  | 420                      | 1470   | 740   | 1:2         | 5.2   | 0.1          |
| 850  | 415                      | 1470   | 740   | 1:2         | 5.2   | 0.1          |
| 860  | 410                      | 1470   | 740   | 1:2         | 5.2   | 0.1          |
| 870  | 405                      | 1470   | 740   | 1:2         | 5.2   | 0.1          |
| 880  | 400                      | 1470   | 740   | 1:2         | 5.2   | 0.1          |
| 890  | 395                      | 1470   | 740   | 1:2         | 5.2   | 0.1          |
| 900  | 390                      | 1470   | 740   | 1:2         | 5.2   | 0.1          |
| 910  | 385                      | 1470   | 740   | 1:2         | 5.2   | 0.1          |
| 920  | 380                      | 1470   | 740   | 1:2         | 5.2   | 0.1          |
| 930  | 375                      | 1470   | 740   | 1:2         | 5.2   | 0.1          |
| 940  | 370                      | 1470   | 740   | 1:2         | 5.2   | 0.1          |
| 950  | 365                      | 1470   | 740   | 1:2         | 5.2   | 0.1          |
| 960  | 360                      | 1470   | 740   | 1:2         | 5.2   | 0.1          |
| 970  | 355                      | 1470   | 740   | 1:2         | 5.2   | 0.1          |
| 980  | 350                      | 1470   | 740   | 1:2         | 5.2   | 0.1          |
| 990  | 345                      | 1470   | 740   | 1:2         | 5.2   | 0.1          |
| 1000 | 340                      | 1470   | 740   | 1:2         | 5.2   | 0.1          |

Entalkoholierung: 52%

Zus. Entalk.: 24.8% der einig. greifbar. Alkoholmenge.

3.9.42. (Bücher)

000396

Endalkoholreinigung synthetischer Kresolnatriumsalze

Ca<sub>2</sub>-ol - typ. Seesalz.

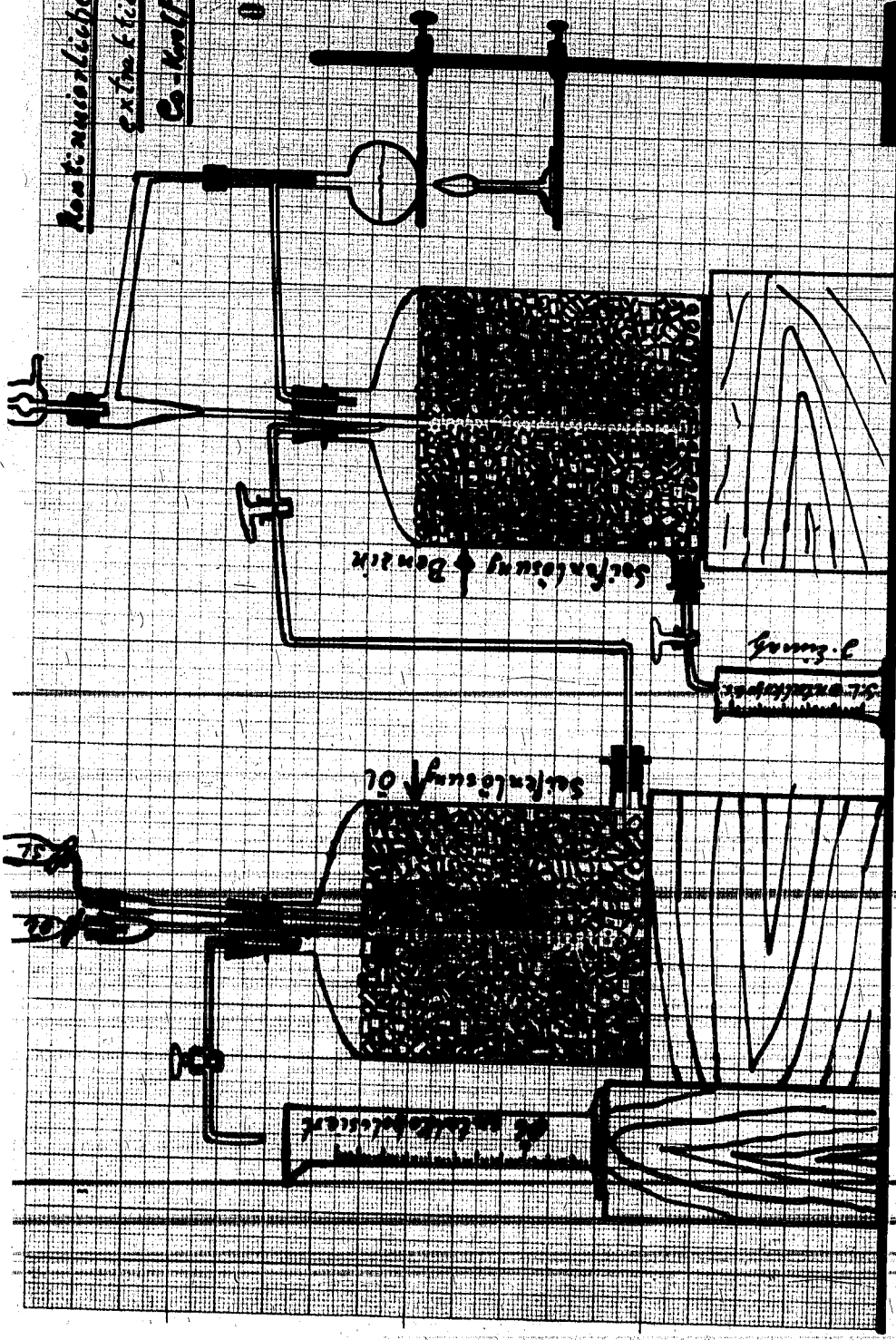
| Nr. | Menge | Korngrößen | Menge  | Menge | Menge | Menge | Menge | Menge | Säure (g/100 Anhangen): Öl. |      | Alkohol | Menge |      |      |      |
|-----|-------|------------|--------|-------|-------|-------|-------|-------|-----------------------------|------|---------|-------|------|------|------|
|     |       |            |        |       |       |       |       |       | g                           | g    |         |       | g    | g    | g    |
| 1   | 0.231 | 1.12       | 1.152  | 10:10 | 50    | 30    | 1500  | 100   | 1:2                         | 44   | 48.6    | 21.5  | 946  | 370  | 337  |
| 2   | 0.235 | -3.5       | 1.150  |       |       |       |       |       |                             | 43.5 | 48.5    | 24.0  | 1042 | 30.4 | 27.5 |
| 3   | 0.245 | -3.5       | 1.155  |       |       |       |       |       |                             | 42.8 | 48.0    | 21.0  | 899  | 40.2 | 35.9 |
| 4   | 0.244 | -5.1       | 1.1467 |       |       |       |       |       |                             | 43.0 | 41.71   | 24.0  | 1031 | 31.2 | 27.9 |
| 5   |       |            |        |       | 32.5  | 21.5  | 699   | 1630  | 1:5                         | 35.5 | 30.5    | 4.0   | 102  | 85.4 | 71.4 |
| 6   |       |            |        |       | 30.5  | 24.0  | 732   | 153   | "                           | 26.0 | 28.6    | 6.0   | 156  | 78.7 | 71.6 |
| 7   |       |            |        |       | 28.5  | 24.0  | 578   | 143   | "                           | 23.0 | 26.8    | 4.0   | 91   | 44.6 | 73.0 |
| 8   |       |            |        |       | 32.0  | 24.0  | 493   | 165   | "                           | 26.5 | 30.8    | 6.0   | 132  | 83.3 | 71.4 |

95.0.42

Brücker

kontinuierliche Alkohol  
extraktion aus  
E-kohl-Rohölöl

000397



8. 9. 42. Bismar





## 2. Bericht

über die Herabsetzung der Oxalketole aus  
Siedelöl mittels Seifenlösungen

### 1) Material.

a) Für RCK-Siedelöl mit 9% SPL sind an 8% Methylen  
(Schlage 180-310°C) wurden durch Wassergasau-  
lagerung die Oxalketole der Kettenlängen C<sub>12</sub> bis  
C<sub>18</sub> in Mischung mit den Paraffinen C<sub>11</sub>-C<sub>17</sub>  
hergestellt. Es wurde ein Rohprodukt mit der  
OH-Zahl 29 erhalten.

b) Für Oxofettsäure (Co-Kodif) C<sub>12</sub>-C<sub>17</sub> wurde  
eine 10%ige Seifenlösung (pH = 9,1) hergestellt,  
die 20 Volumen teile vergällten Methylalkohol  
enthält.

### 2) Versuchsausführung:

Je 1 Gewichtsteil des Rohalkohols auf wurde  
mit 10 bis 20 mehrfachen Volumenteile Seifen-  
lösung 1/2 bei verschiedenen Temperaturen  
verschiedene Zeiten gerührt, bei Kochtemperaturen  
am Rückfließkühler ohne Rühren gekocht. Dabei  
wurde die Ölphase von der wässrig-alkoholischen Seifenlösung ge-  
trennt, das Gemisch der Ölphase destilliert und die OH-Zahl ermittelt.

### 3) Ergebnis:

Die Reaktion verläuft verhältnismäßig schnell. Für  
das Rühren genügt eine Stunde vollständig. (Tafel 1)

Mit dem 5fachen Volumen Seifenlösung wurden bei  
20° eine OH-Zahl von 6,5, bei Anwendung des 10fachen  
Volumens eine OH-Zahl von 3,5 erreicht. (Tafel 1)

Der Einfluss der Temperatur auf den Reaktionsverlauf ist

gering (Tafel 2). Bei erhöhter Temperatur wird etwas weniger Öl in der Seifenlösung gelöst. (Tafel 3) Die ~~Absorption~~<sup>Aufnahme</sup> des Alkohols erfolgt jedoch besser bei Temperaturen um  $20^{\circ}$  (Tafel 4.)

Bezeichnet man das Produkt aus der Menge des bei der Trennung von der Seifenlösung prozentual wieder erhaltenen Öls mit der Menge der ~~anwesenden~~<sup>zugesetzten</sup> Ölmenge prozentual herangezogenen OH-Gruppen geteilt durch 100 als Wirkungsgrad, so ergibt sich, daß dieser Wirkungsgrad durch Verlängerung der Reaktionsdauer nicht erhöht wird (Tafel 5)

dagegen wird bei erhöhter Temperatur zunächst eine Verminderung, bei  $70^{\circ}\text{C}$  jedoch <sup>gerade</sup> ~~erhöht~~ <sup>erhöht</sup> erzielt, da bei dieser ~~erhöhten Seifenlösungsvermögen~~ ~~höhen von 60% auf 77% erhöht wird~~ (Tafel 6)

Zusammenfassung:

Aus den Gesamtdialkoholen lassen sich mit Seifenlösung die hydroxylgruppenhaltigen Substanzen durch Vermehren bei <sup>Zimmertemperatur</sup> oder beim ~~Kochen~~ <sup>(nicht oder wenig)</sup> erhöhten Temperaturen ~~entfernen~~ entfernen. Der Grad der Entfernung ist abhängig von der Menge der angewandten Seifenlösung. Da die Abscheidung des Öls bei  $70^{\circ}$  wesentlich besser erfolgt, wird nach dem Vermehren bei Zimmertemperatur zweckmäßig auf ca.  $70^{\circ}\text{C}$  kurz erhitzt.

Wachner, 19/B.42



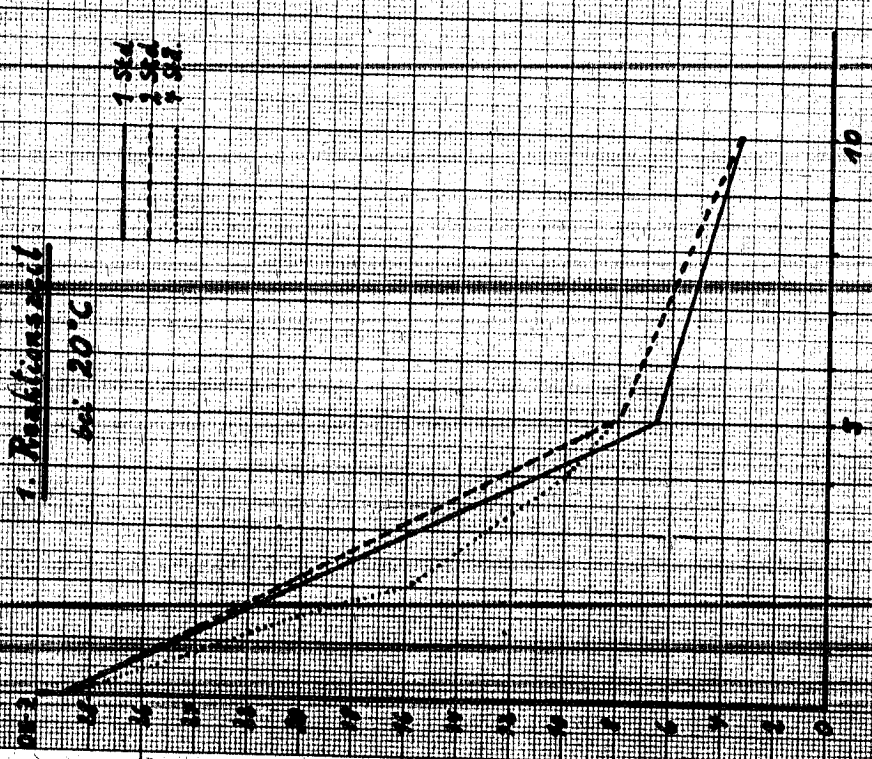
Entkalkungsversuche  
 von Dieselboxalkoholen mittels Seifenlösungen.

000402

| Nr. | Frucht: Öl | mg. Öl | Seifenlösung 10%ig | Tem. °C | Zeit in Min. | Ausbringen: Öl |      |         |      |        |      |      |      |
|-----|------------|--------|--------------------|---------|--------------|----------------|------|---------|------|--------|------|------|------|
|     |            |        |                    |         |              | g              | Salz | % Aufw. | Öl-% | mg. AN | % F. | % K. |      |
| 1   | 50         | 1450   | 1:2                | 80      | 2            | 33.0           | 47.4 | 78.2    | 15   | 583    | 38.2 | 67.7 | 70.2 |
| 2   | 50         | 150    | 1:3                | 80      | 2            | 35.3           | 44.9 | 75.5    | 12   | 404    | 20.2 | 30.7 | 47.3 |
| 3   | 50         | 200    | 1:5                | 80      | 2            | 36.0           | 46.5 | 73.5    | 10   | 350    | 21.6 | 15.2 | 33.1 |
| 4   | 50         | 250    | 1:10               | 80      | 2            | 36.4           | 46.2 | 78.8    | 8    | 281    | 21.1 | 29.9 | 52.2 |
| 5   | 50         | 250    | 1:5                | 80      | 2            | 33.1           | 45.3 | 73.5    | 15   | 416    | 6.0  | 93.0 | 61.6 |
| 6   | 50         | 500    | 1:10               | 80      | 2            | 34.1           | 45.9 | 78.5    | 15   | 214    | 16.2 | 88.8 | 65.3 |
| 7   | 50         | 1000   | 1:20               | 80      | 2            | 21.2           | 45.1 | 58.0    | 15   | 149    | 6.2  | 24.8 | 69.1 |
| 8   | 50         | 150    | 1:3                | 80      | 2            | 34.1           | 42.2 | 71.5    | 15   | 58.3   | 4.0  | 76.0 | 64.2 |
| 9   | 50         | 150    | 1:6                | 80      | 2            | 35.9           | 46.3 | 72.5    | 9.0  | 32.3   | 22.3 | 77.9 | 60.2 |
| 10  | 50         | 150    | 1:3                | 80      | 2            | 36.5           | 43.1 | 35.4    | 12.0 | 43.5   | 32.7 | 67.3 | 58.6 |
| 11  | 50         | 300    | 1:6                | 80      | 2            | 37.4           | 46.2 | 81.9    | 7.5  | 31.8   | 21.7 | 88.1 | 53.2 |
| 12  | 50         | 150    | 1:3                | 80      | 2            | 40.4           | 46.5 | 86.9    | 7.0  | 40.6   | 23.7 | 88.2 | 63.6 |
| 13  | 50         | 300    | 1:6                | 80      | 2            | 38.5           | 46.4 | 83.0    | 9.5  | 34.6   | 25.3 | 77.7 | 67.7 |
| 14  | 50         | 300    | 1:3                | 80      | 2            | 41.4           | 46.9 | 88.5    | 12.0 | 44.6   | 34.3 | 15.7 | 58.9 |
| 15  | 50         | 300    | 1:6                | 80      | 2            | 37.6           | 46.0 | 82.8    | 7.5  | 20.2   | 19.1 | 10.6 | 66.0 |
| 16  | 50         | 200    | 1:4                | 80      | 2            | 36.9           | 46.6 | 84.2    | 10.5 | 31.7   | 25.3 | 78.8 | 58.8 |
| 17  | 50         | 250    | 1:5                | 80      | 2            | 37.0           | 46.8 | 89.8    | 9.5  | 37.0   | 24.2 | 75.8 | 60.4 |
| 18  | 50         | 300    | 1:6                | 80      | 2            | 35.9           | 46.2 | 76.5    | 9.5  | 35.0   | 26.3 | 34.3 | 60.6 |
| 19  | 50         | 500    | 1:10               | 80      | 2            | 35.9           | 46.0 | 85.7    | 8.0  | 24.4   | 16.8 | 83.2 | 65.0 |
| 20  | 50         | 200    | 1:5                | 80      | 2            | 37.4           | 46.6 | 86.2    | 10.5 | 30.9   | 23.1 | 72.9 | 58.4 |
| 21  | 50         | 100    | 1:2                | 80      | 2            | 34.4           | 47.1 | 73.0    | 13.0 | 47.7   | 30.8 | 69.2 | 60.5 |
| 22  | 50         | 150    | 1:3                | 80      | 2            | 37.1           | 43.5 | 39.6    | 16.0 | 60.5   | 41.3 | 88.3 | 46.4 |
| 23  | 50         | 200    | 1:4                | 80      | 2            | 37.1           | 47.1 | 78.6    | 13.0 | 46.5   | 32.0 | 68.0 | 57.5 |
| 24  | 50         | 250    | 1:5                | 80      | 2            | 35.3           | 46.5 | 76.0    | 11.0 | 35.3   | 24.3 | 75.2 | 57.5 |
| 25  | 50         | 250    | 1:5                | 80      | 2            | 37.2           | 46.2 | 77.4    | 8.0  | 28.5   | 19.3 | 80.3 | 62.1 |

20. 8. 42. Buchner.

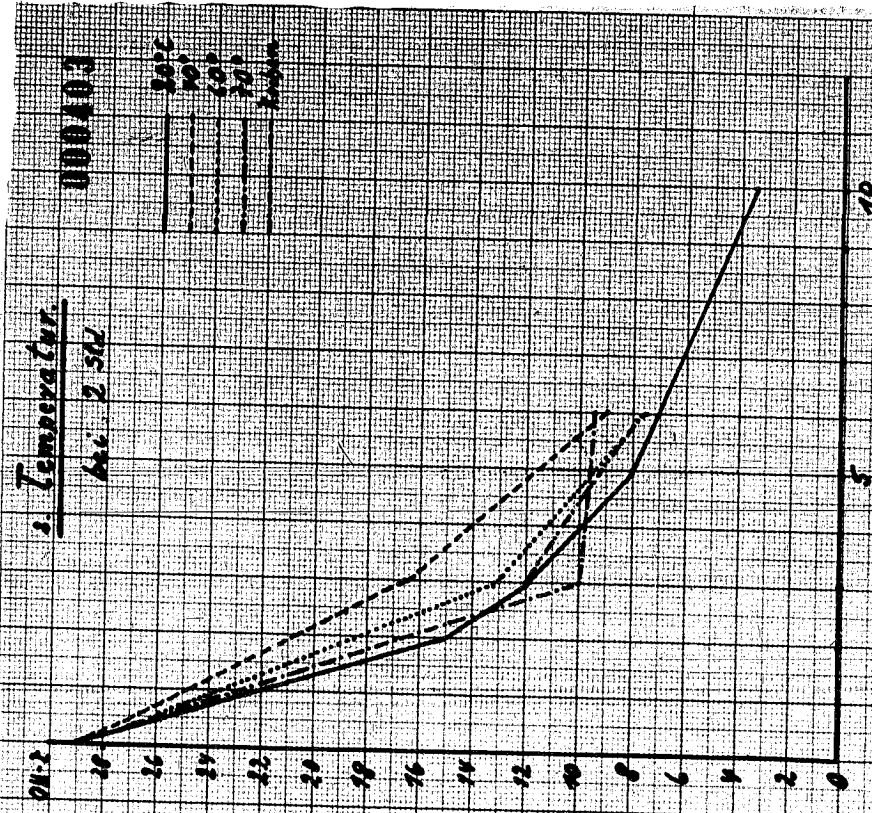
1. Reaktionszeit  
bei 20°C



1.5%  
2.5%  
4.5%

Andere Konzentration 10%ige Seifenlösung

2. Temperatur  
bei 2.5% Seife

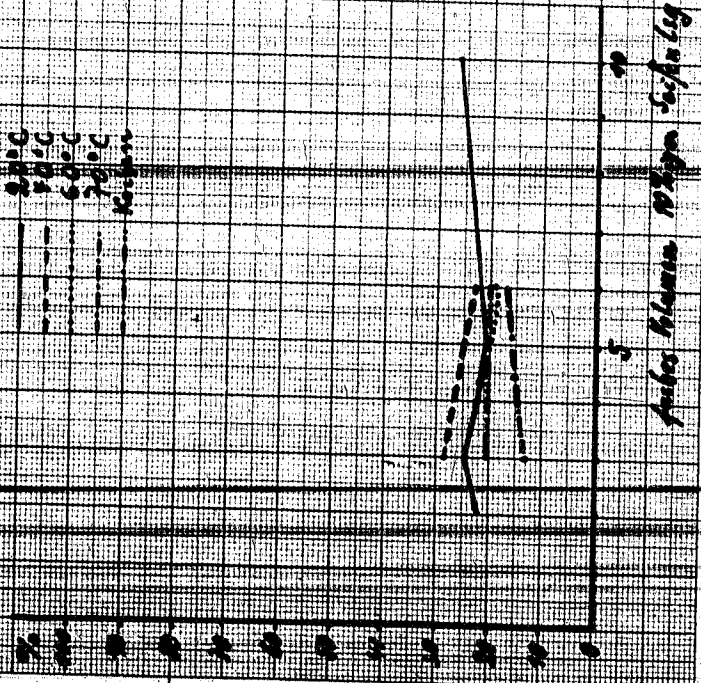


0.00403  
30°C  
40°C  
50°C  
60°C  
70°C  
80°C

Andere Konzentration 10%ige Seifenlösung

### 3. Ölverlust

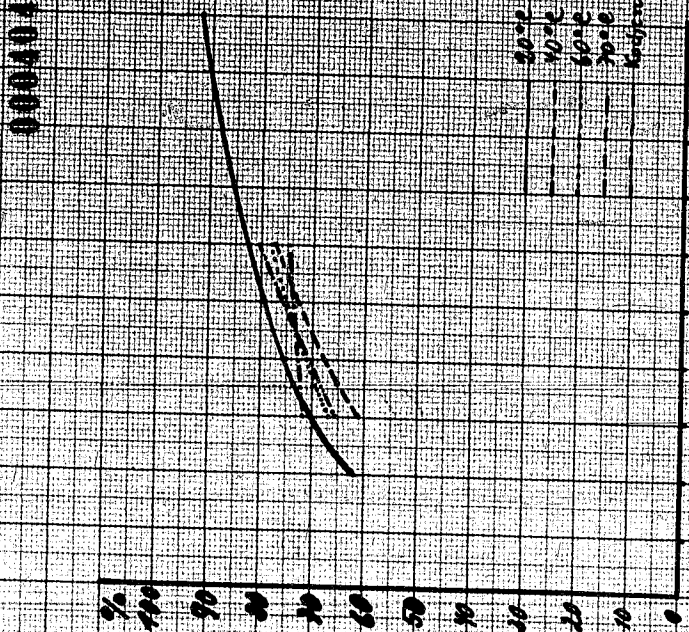
in % Reaktionszeit



Anteil Katalysator 10% Ölverlust

### 4. Herabnahme der Öl-Säure

in % Reaktionszeit



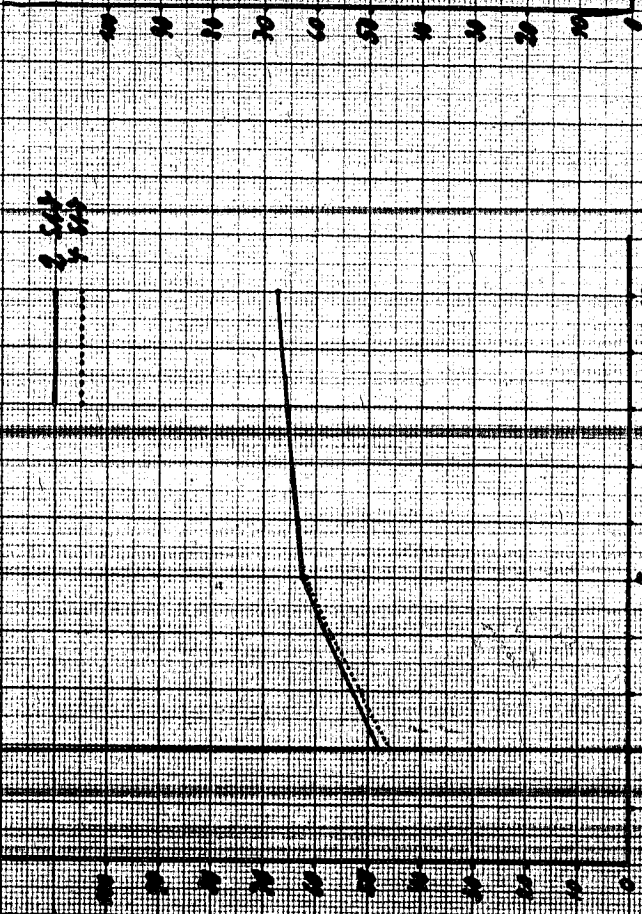
Anteil Katalysator 10% Öl-Säure

5. Wirkungsgrad

Leistungen an 12 x 12 Zylinder an 1000 U/min

bei 30°C

2.500  
3.500  
4.500



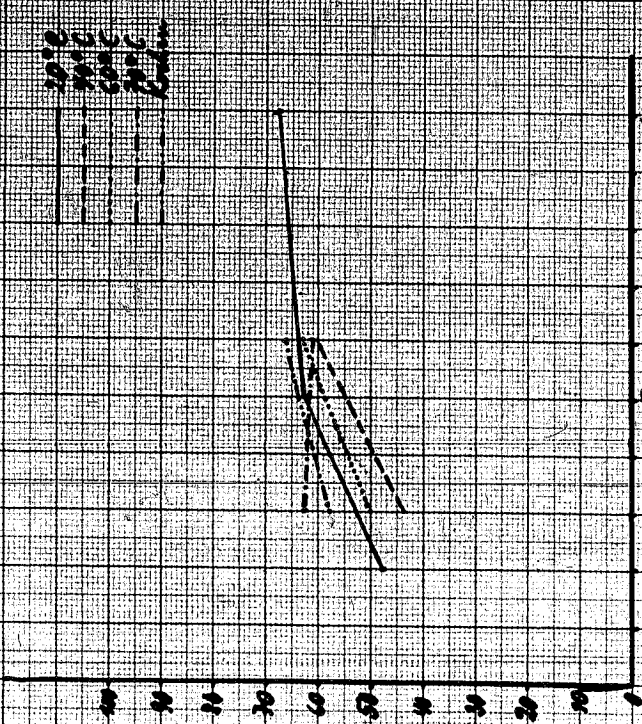
10  
Faktor Kolumbus 10 Nigen Saefen Leistung

6. Wirkungsgrad

Leistungen an 12 x 12 Zylinder an 1000 U/min

bei 200 mm Durchmesser, 2.500

1000  
1100  
1200  
1300  
1400



10  
Faktor Kolumbus 10 Nigen Saefen Leistung

sicher die Herausnahme der Hydroxygruppen  
aus Kobaltkristall- und Eisenkristallen  
mittels Seifenlösungen.

1. Versuche

a) 1000 cm<sup>3</sup> Kobaltkristallprodukt im Siedebereich  
wurden mit dem Kennzahlen:

$$D_{20} = 0,743$$

$$OHZ = 26$$

$$NZ = 0,2$$

wurden mit 1000 cm<sup>3</sup> einer 10%igen Seifenlösung,  
die durch Neutralisation von 100g Oxalsäure  
Ca<sub>2</sub>-Ca<sub>2</sub> mit Natronlauge bis pH = 9,7, Versetzen  
dieser Seifenlösung mit 100 cm<sup>3</sup> reiner Ethylalkohol  
und Trüpfchen mit Wasser auf 1 l hergestellt  
worden war, 1 Stunde lang bei +20°C verrührt.  
Nach dieser Zeit wurde die Mischung kühl erwärmt  
(ca. 50-60°C) und das Öl von der wässrig-alkoholigen  
Seifenlösung getrennt. Es wurden 880 cm<sup>3</sup> Öl  
erhalten mit einer OH Zahl: 2,5 und einer  
Dichte = 0,745/20°C.

Die Seifenlösung wurde mit 500 cm<sup>3</sup> Benzin ange-  
schüttelt (Benzin = 120° Siedebereich). Nach dem Abkühlen  
des Benzins bei 150° wurden erhalten:

45 cm<sup>3</sup> Rohöl mit den Daten:

$$D_{20} = 0,7624$$

$$OHZ = 6,4$$

$$NZ = 19,3$$

b) Anstelle im Kobaltkristallprodukt wurde 1000 cm<sup>3</sup>

Ergebnis ist verwandt mit folgenden Daten:

D<sub>20</sub> = 0,749  
OH Z = 18,5  
N Z = 1

000407

Die Versuchsdurchführung war die gleiche wie unter a).  
Das entalkoholisierte Produkt zeigte eine

OH Z = 2,5  
N Z = 0,8

a) Ein Neutralöl, gewonnen aus Kobalttrichloridöl  
durch Oxydation und Hydrolyse des Aldehyds und  
Zerfallsprodukten der gebildeten Fettsäuren als Neben-  
produkt mit der

OH Z = 12,5

wurde mit der unter a) beschriebenen Seifenlösung  
in verschiedenen Mischungsverhältnissen 2 Stunden  
versetzt und getrennt.

Bei 1:2 Teil Seifenlösung wurde OH Z = 7 erreicht  
" 1:3 " " " " " = 6 "  
" 1:10 " " " " " = 2 "

2) Zusammenfassung: Wie aus den Versuchen a) und b)  
hervorgeht, lassen sich die Primärprodukte die  
primär vorhandenen Alkohole ohne Schwierigkeit ent-  
fernen. Dagegen scheinen die durch W'gasanlagerung  
entstandenen Alkohole schwieriger von der Seifenlösung  
angelayert zu werden. Die Bedingungen hierfür  
werden in einem besonderen Bericht geklärt werden

O-Wolken, 19.8.42.

*Röschner*

26. Juni 1943

EntwurfVerfahren zum Entalkoholisieren von Kohlenwasserstoff-Alkohol-  
Gemischen.

Bei der synthetischen Erzeugung von Kohlenwasserstoffen fallen <sup>häufig</sup> Gemische von Kohlenwasserstoffen mit einem <sup>geringen</sup> solchen Gehalt an Alkoholen an, der bei der technischen Verwendung der Kohlenwasserstoffe störend wirkt. Man war daher darauf angewiesen, die in den Kohlenwasserstoffen enthaltenen Alkohole möglichst vollständig aus ihnen herauszunehmen. Hierfür wurden bisher vornehmlich Säuren oder sauer reagierende Salzlösungen, wie Schwefelsäure, Phosphorsäure und Zinkchloridlösungen verwendet. Mit diesen Mitteln wurden im allgemeinen gute Ergebnisse erhalten. Ihrer Verwendung haftet jedoch der Nachteil an, daß die Entalkoholisierung der Kohlenwasserstoffe mit einem großen ständigen Verbrauch an teuren Reagenzien verbunden ist. Außerdem verlangt ihre Anwendung in der Großtechnik säurebeständige <sup>best</sup> Apparatstoffe, wodurch eine weitere Belastung für die technische Durchführung gegeben ist. *Es wäre nun mit diesen Verfahren eine Gewinnung der Alkohole nicht möglich, da diese durch die Säuren zerstört werden.* Es würde nun erkannt, daß die Entalkoholisierung von Kohlenwasserstoffen unter Vermeidung der erwähnten Nachteile <sup>Säuren</sup> gelingt, wenn sie anstelle der erwähnten Säuren Reagenzien mit Hilfe von Lösungen von oberflächenaktiven Stoffen bei normalen oder bis zu rund 100° erhöhten Temperaturen durchgeführt wird. Als geeignet haben sich vor allem wässrige oder wässrig-alkoholische Lösungen von fettsauren und sulfonsauren Salzen erwiesen. Die Konzentration dieser Lösungen wird <sup>zwischen 5 und 25%</sup> vornehmlich um 10 %, bezogen auf die ~~verwendeten~~ <sup>verwendeten</sup> Säuren, gehalten. Es empfiehlt sich, an den zur Alkoholherausnahme verwandten Lösungen einen  $p_H$  von 7,0 bis 9,5 aufrecht zu erhalten. Zweckmäßig wird

Vertrag über Auslandspatente

(Eingang der Patentstelle vom 21.10.-30.11.39)

III. Benzinsynthese

| <u>USA.</u> | <u>England</u> | <u>Frankreich</u> |
|-------------|----------------|-------------------|
| 2 158 650   | 506 064        | 840 014 843 847   |
| 2 160 575   | 506 104        | 843 844 845 209   |
|             |                | 843 370           |

a) Durchführung der Synthese

|                   |                         |   |
|-------------------|-------------------------|---|
| <u>EP 506 064</u> | G. W. Johnson<br>(I.G.) | Ausführung der CO-Hydrirung mit einem Kat., der ganz od. teilweise aus einem gesinterten Metall der Eisengruppe mit einem Zusatz einer Alkaliverb. besteht, die in wss. Lsg. neutrale od. saure Rk. hat u. praktisch bis zu Temp. von 1000° unzer setzt bleibt. |
|-------------------|-------------------------|---|

Durch Zersetzen von Fe-Carbonyl erhaltenes Eisenpulver wird mit 5% KCl, das in die gleiche Gewichtsmenge Wasser eingerührt ist in eine Paste übergeführt, nach dem Erhitzen in Stücke von Erbsengrösse gepresst u. 4 Stdn. mit H<sub>2</sub> bis zum Sintern auf 850°C erhitzt. Bei dem Überleiten einer Mischung von 35% CO, 64% H<sub>2</sub> und 1% N<sub>2</sub> über diesen Kat. bei 330° u. 15 at wird ein fl., weisse % O-Verbb. enthaltendes Prod. gewonnen, das zu rd. 95% aus KW des Benzinsiedebereichs besteht.

|                   |      |  |
|-------------------|------|--|
| <u>EP 843 844</u> | I.G. | Bevorzugte Gew. von unges. KW bei der CO-Hydrirung.<br>Man verwendet weniger als 2 Teile, vornehmlich 0.9 - 1.5 Tl. H <sub>2</sub> auf 1 Tl. CO u. erhält dies Verhältnis durch H <sub>2</sub> -Zugabe aufrecht.<br>In einem Gasgemisch aus 42.7% CO u. 49.1% H <sub>2</sub> , Rest N <sub>2</sub> u. CO <sub>2</sub> , werden H <sub>2</sub> u. CO über einen Co-Th-Na-Kieselgur-Kontakt bei 195°C u. 1 at im Verhältnis 1:2 verbraucht. Es wird daher an 4 Stellen 95% H <sub>2</sub> in einer Menge von 36 l auf 100 l Wassergas zugefügt. Es werden 112 g fl. Predd. je m <sup>3</sup> erhalten. Der bis 180° übergehende Anteil hat die Octanzahl 55. |
|-------------------|------|--|

|                   |                         |  |
|-------------------|-------------------------|--|
| <u>EP 843 847</u> | H. Koppers<br>Ind. Mij. | Bei der Erzeugung von KW durch CO-Hydrirung bei normalem, mässig erhöhten od. erniedrigten Drucken wird das Synthesegas zuerst über einen Eisenkontakt u. darauf nach Entfernung der gebildeten KV über einen Co- oder Ni-Kontakt geleitet.<br>Identisch mit E.A. 27 807/38, Auslandspatentreferat v. 7.3.40, S. 475 (64). |
|-------------------|-------------------------|--|



die zur Entalkoholisierung angewandte Menge Seifenlösung so Säure-Molek<sup>el</sup> aufzunehmenden Menge Alkohol-Mole bemessen, daß die anwesende Menge/Alkohol-Mole gleichkommt oder sie übersteigt. Besondere Vorteile sind dadurch gegeben, daß das erfindungsgemäße Verfahren in einfacher Weise eine Durchführung unter Kreislauführung der Lösung <sup>des</sup> oberflächenaktiven Stoffe gestattet. Die Rückführung erfolgt in diesem Falle nach Herausnahme der Alkohole mit nicht wasserlöslichen Lösungsmitteln.

Das erfindungsgemäße Verfahren stellt gegenüber den bisherigen Methoden zur Entalkoholisierung von Kohlenwasserstoffen einen wesentlichen <sup>Fortschritt</sup> Unterschied dar, weil beliebige Mengen  $\Delta$  alkoholhaltiger Kohlenwasserstoffe mit einer bestimmten, nach der jeweiligen Regenerierung  $\omega$  unbeschränkt wiederverwendungsreifen Menge von Lösungen oberflächenaktiver Stoffe von ihrem Alkoholgehalt befreit werden können. Infolge des Arbeitens mit Lösungen <sup>mit</sup> einem  $p_H$ -Wert <sup>zwischen</sup> von 7,0 bis 9,3 besteht die Möglichkeit, <sup>die</sup> Verwendung einfacher Apparaturbauteile, da die verwandten Lösungen eine korrodierende Wirkung auf die mit ihnen in Berührung kommende <sup>an</sup> Gefüßteile nicht ausüben.

Die Ausführung des Verfahrens wird durch die folgenden Beispiele erläutert.

#### Ausführungsbeispiel 1

1000 cm<sup>3</sup> eines synthetischen Kohlenwasserstofföles mit der Dichte  $D_{20} = 0,779$ , dem Siedebereich 180 - 290°C und einer OH-Zahl ~~2000~~ <sup>400</sup> wurde 2 Stunden lang bei Raumtemperatur (ca 20°C) mit 2000 cm<sup>3</sup> einer Seifenlösung Dichte 0,984, enthaltend 10 Gew.-% Fettsäure mit einer Verseifungszahl von 260, einen  $p_H$ -Wert von 9,1, sowie einen Gehalt an Äthylalkohol von 10 Vol.-%, verrührt. Nach dem Stillsetzen des Rührers erhielt man 2 Schichten, die getrennt wurden. Die obere Ölschicht bestand aus 910 cm<sup>3</sup> Neutralöl mit folgenden Kenndaten:

Patentstelle  
F8./Msl.

Oberhausen-Holten, den 27. März 1940

Referat über Auslandspatente

(Eingang der Patentstelle vom 21.10.-30.11.39)

I. Polymerbenzine

|           |           | USA.      |           |         | Frankreich |
|-----------|-----------|-----------|-----------|---------|------------|
| 2 156 718 | 2 157 203 | 2 157 220 | 2 158 154 |         |            |
| 2 157 202 | 2 157 208 | 2 157 939 |           | 844 022 |            |

a) Herstellung ohne Katalysatoren

|  |  |  |
|--|--|--|
| <p><u>AmP 2 157 220</u><br/>Anm. 26. 3.34<br/>Ert. 9. 5.39</p> | <p>Pure Oil Co.<br/><u>Erf.:</u><br/>H.C. Schutt</p> | <p>Gemische von normal gasförm., unges. KW werden in Fraktionen von zusammengehöriger Polym.-Geschw. zerlegt, die Fraktionen getrennt polymerisiert u. aus den Rk.-Prodd. ein Destillat vom Benzinsiedebereich gewonnen.</p> |
|--|--|--|

b) Herstellung mit Katalysatoren.

|  |  |  |
|--|--|--|
| <p><u>AmP 2 156 718</u><br/>Anm. 23.12.35<br/>Ert. 2. 5.39</p> | <p>Shell Dev. Co.<br/><u>Erf.:</u> F.A. Bent<br/>u. S.N. Wik</p> | <p>KW-Gemische mit einem tertiären Olefin werden zw. 100 u. 350° C mit einer 0.5 -50%ig. Säure über 0.34 * 3.2 Min. behandelt.</p> |
|--|--|--|

|  |  |   |
|--|--|---|
| <p><u>AmP 2 157 208</u><br/>Anm. 20. 9.37<br/>Ert. 9. 5.39</p> | <p>UOPC.<br/><u>Erf.:</u> V. Ipatieff<br/>u. R.E. Schaad</p> | <p>Polymerisations- att. werden durch Vermischen von Tetraphosphorsäure mit einem SiO<sub>2</sub>-halt. Adsorbens u. Kalzinierung des Gem. hergestellt.</p> |
|--|--|---|

|   |                  |   |
|---|------------------|---|
| <p><u>AmP 2 158 154</u><br/>Anm. 22.11.37<br/>Ert. 16. 5.39</p> | <p>J.R. Rose</p> | <p>Polymerisations-Katt., best. aus 20-100 Gew.-Tl. natürlichen Phosphatgesteins, 20-100 Tl. Carnotiterz, 5-20 Tl. Zinkphosphat u. 3-5 Tl. Bariumhalid.</p> |
|---|------------------|---|

|  |                        |  |
|--|------------------------|--|
| <p><u>FP 844 022</u><br/><del>Anm. 12. 9.38</del><br/><del>dtPr. 20.10.37</del><br/><del>Ert. 11. 4.39</del><br/><del>Ausg. 18. 7.39</del></p> | <p><del>I.G.</del></p> | <p><del>Bes. Ausführung der Polym. von Olefinen, bes. solchen mit einem tertiären C-Atom, mit mittelstarken od. starken Schwefel- oder Phosphorsäuren.</del></p> |
|--|------------------------|--|

c) Gewinnung von Olefinen

|  |   |   |
|--|---|---|
| <p>1.) <u>AmP 2 157 202</u><br/>2.) <u>AmP 2 157 203</u><br/>3.) <u>AmP 2 157 939</u><br/>Anm. 30. 9.37<br/>Ert. 9. 5.39</p> | <p>UOPC.<br/><u>Erf.:</u><br/>1.) A.V. Grosse<br/>2.) A.V. Grosse u.<br/>J.M. Mavity<br/>3.) J.C. Morrell</p> | <p>Dehydrierung von Cyclopentan zu Cyclopentadien unter Verw. von körnigen Katt., die zum grösseren Teil aus aktivierter Tonerde u. zum geringeren Teil aus einem Zusatz bestehen.<br/>Der Zusatz besteht aus Mo-Oxyden (1), Cr<sub>2</sub>O<sub>3</sub> (2) und V<sub>2</sub>O<sub>3</sub> (3).<br/><del>Die Katt. werden bei 500=600° (1) bzw. 500-700° (2 u. 3) u. 0.25 - 1 at über 0.5 - 6 sec angewandt.</del></p> |
|--|---|---|

$$D_{20} = 0,776$$

$$OHZ = 1$$

Aus der unteren wässrigen Schicht erhielt man durch Ansäuern 245 g Fettsäure mit einer Dichte

$$D_{20} = 0,871$$

$$VZ = 199$$

$$OHZ = 126$$

Die im Einsatzöl vorhandenen Alkohole waren somit zu ca. 90% von der Seifenlösung adsorbiert worden.

#### Ausführungsbeispiel 2

500 cm<sup>3</sup> des gleichen Öles wie in Beispiel 1 wurden mit 1000 cm<sup>3</sup> einer Lösung von 200 g 45 %-igem Sulfenat 2 Stunden lang bei Raumtemperatur verrührt. Man erhielt eine Emulsion, die sich auf Zusatz von ca. 150 cm<sup>3</sup> Äthylalkohol in 2 Schichten trennte. Die obere ölige Schicht ergab nach dreimaligem Waschen mit 10 %-igem Äthylalkohol und nachträglicher Wasserwäsche 450 cm

$$D_{20} = 0,776 ; OHZ = 1.$$

Die Alkohole werden somit unter Anwendung von Lösungen sulfonsaurer Salze unter Erzielung der gleichen Wirkung wie bei Benutzung fett-saurer Salzen gewonnen.

#### Ausführungsbeispiel 3

500 cm<sup>3</sup> Dieselöl von der OH-Zahl 20 und der Dichte  $D_{20} = 0,769$  werden in der Stunde mit 150 cm<sup>3</sup> im Kreislauf geführter Seifenlösung im Emulgator E 1 emulgiert und im Absatzgerät T 1 getrennt. Aus diesem läuft das Öl als oberste Schicht in den Emulgator E 2, wo es wiederum mit 150 cm<sup>3</sup> Seifenlösung emulgiert wird. Anschließend findet im Absatzgerät T 2 die Trennung von Seifenlösung und Kohlenwasserstoffen statt. Die auf T 2 ablaufende Seifenlösung wird in den Emulgator E 1 gegeben. Während die

Patentstelle  
P8./Msl.

Oberhausen-Holten, den 27. März 1940

Referat über Auslandspatente

(Eingang der Patentstelle vom 21.10.-30.11.39)

I. Polymerbenzine

|           |           | USA:      |           | Frankreich |  |
|-----------|-----------|-----------|-----------|------------|--|
| 2 156 718 | 2 157 203 | 2 157 220 | 2 158 154 |            |  |
| 2 157 202 | 2 157 208 | 2 157 939 |           | 844 022    |  |

a) Herstellung ohne Katalysatoren

|  |                                      |   |
|--|--------------------------------------|---|
| AmP 2 157 220<br>Anm. 26. 3.34<br>Ert. 9. 5.39 | Pure Oil Co.<br>Erf.:<br>H.C. Schutt | Gemische von normal gasförm., unges. KW werden in Fraktionen von zusammengehöriger Polym.-Geschw. zerlegt, die Fraktionen getrennt polymerisiert u. aus den Rk.-Prodd. ein Destillat vom Benzinsiedebereich gewonnen. |
|--|--------------------------------------|---|

b) Herstellung mit Katalysatoren.

|  |   |   |
|--|---|---|
| AmP 2 156 718<br>Anm. 23.12.35<br>Ert. 2. 5.39                                   | Shell Dev. Co.<br>Erf.: F.A. Bent<br>u.S.N. Wik | KW-Gemische mit einem tertiären Olefin werden zw. 100 u. 350°C mit einer 0.5-50%ig. Säure über 0.34 - 3.2 Min. behandelt.                             |
| AmP 2 157 208<br>Anm. 20. 9.37<br>Ert. 9. 5.39                                   | UOPC.<br>Erf. V. Ipatieff<br>u.R.E. Schaad      | Polymerisations-att. werden durch Vermischen von Tetraphosphorsäure mit einem SiO <sub>2</sub> -halt. Adsorbens u. Kalzinierung des Gem. hergestellt. |
| AmP 2 158 154<br>Anm. 22.11.37<br>Ert. 16. 5.39                                  | J.R. Rose                                       | Polymerisations-Katt., best. aus 20-100 Gew.-Tl. natürlichen Phosphatgesteins, 20-100 Tl. Carnotiterz, 5-20 Tl. Zinkphosphat u. 3-5 Tl. Bariumhalid.  |
| FP 844 022<br>Anm. 12. 9.38<br>dtPr. 20.10.37<br>Ert. 11. 4.39<br>Ausg. 18. 7.39 | I.G.  | Bes. Ausführung der Polym. von Olefinen, bes. solchen mit einem tertiären C-Atom, mit mittelstarken od. starken Schwefel- oder Phosphorsäuren.        |

c) Gewinnung von Olefinen

|  |  |  |
|--|--|--|
| 1.) AmP 2 157 202                                  | UOPC.  | Dehydrierung von Cyclopentan zu Cyclopentadien unter Verw. von körnigen Katt., die zum grösseren Teil aus aktivierter Tonerde u. zum geringeren Teil aus einem Zusatz bestehen.                                    |
| 2.) AmP 2 157 203                                  | Erf.:  |  |
| 3.) AmP 2 157 939<br>Anm. 30. 9.37<br>Ert. 9. 5.39 | 1.) J.V. Grosse<br>2.) J.V. Grosse u.<br>J.M. Mavity<br>3.) J.C. Merrell | Der Zusatz besteht aus Mo-Oxyden (1), Cr <sub>2</sub> O <sub>3</sub> (2) und V <sub>2</sub> O <sub>3</sub> (3).<br>Die Katt. werden bei 500-600° (1) bzw. 500-700° (2 u. 3) u. 0.25-1 at über 0.5-6 sec angewandt. |

aus F 1 ablaufende Seifenlösung nacheinander in die Extraktoren P 1 und P 2 gelangt. In diesen werden mittels ~~Wasser-unlöslicher~~ Lösungsmittel, z.B. Benzol oder Benzol, die in der Seifenlösung angereicherten Alkohole und das in ihnen <sup>franken</sup> ~~emulgierte~~ <sup>franke</sup> Neutralöl her~~ge~~geleitet. Die aus P<sub>2</sub> ablaufende Seifenlösung wird in dem Emulgator E 2 gegeben. Das behandelte Dieselöl hat bei der Dichte von <sup>0,766</sup> ~~0,766~~ Die Alkoholentfernung erfolgt zu 97 %.

Patentansprüche

- 1.) Verfahren zum Entalkoholisieren von Kohlenwasserstoff-Alkohol-Gemischen, d.g., d. das Gemisch einer Extraktion mit Lösungen oberflächenaktiver Stoffe, insbesondere von fettsäuren oder sulfonsäuren Salzen, bei normaler oder bis zu etwa 100° erhöhten Temperaturen unterzogen wird.
- 2.) Verfahren nach Anspruch 1, d.g., d. für die Entalkoholisierung wässriger oder wässrig-alkoholischer Lösungen benutzt werden.
- 3.) Verfahren nach Anspruch 1 und 2, d.g., d. die Konzentration der Salzlösungen um 10 % ~~erhöht~~ <sup>erhöht</sup> auf die verdünnten Säuren, liegt.
- 3.) Verfahren nach Anspruch 1 - 2, d.g., d. die zur Entalkoholisierung angewandte Menge <sup>4</sup> Salzlösung so bemessen wird, daß die anwesende Menge Säure-Mole der aufzunehmenden Menge Alkohol-Mole gleichkommt oder sie übersteigt.
- 4.) Verfahren nach Anspruch 1 - 4, d.g., d. die Lösung des oberflächenaktiven Stoffes nach der Extraktion mit nicht-wasserlöslichen Lösungsmitteln im Kreislauf geführt wird.

Referat über Auslandspatente

(Eingang der Patentstelle vom 21.10.-30.11.39)

III. Benzinsynthese

| <u>USA.</u> | <u>England</u> | <u>Frankreich</u> |
|-------------|----------------|-------------------|
| 2 158 650   | 506 064        | 840 014 - 843 847 |
| 2 160 575   | 506 104        | 843 844 - 845 209 |
|             |                | 843 370           |

a) Durchführung der Synthese

EP 506 064 G.W. Johnson Ausführung der CO-Hydrierung mit einem Kat.,  
Anm. 21. 9.37 (I.G.) der ganz od. teilweise aus einem gesint-  
Ert. 22. 5.39 (I.G.) terten Metall der Eisen-Gruppe mit einem  
Zusatz einer Alkaliverb. besteht, die in  
was. Lsg. neutrale od. saure Rk. hat u.  
praktisch bis zu Temp. von 1000° unzer-  
setzt bleibt.

Durch Zersetzen von Fe-Carbonyl erhaltenes Eisenpulver wird mit 5% KCl, das in die gleiche Gewichtsmenge Wasser einge-  
führt ist, in eine Paste übergeführt, nach dem Erhitzen in Stücke von Erbsen-  
größe gepresst u. 4 Stdn. mit H<sub>2</sub> bis zum Sintern auf 850°C er-  
hitzt. Bei dem Überleiten einer Mischung von 35% CO, 64% H<sub>2</sub> und  
1% N<sub>2</sub> über diesen Kat. bei 330° u. 15 at wird ein fl., wenige  
% O-Verbb. enthaltendes Prod. gewonnen, das zu rd. 95% aus KW des  
Benzinsiedebereichs besteht.

FP 843 844  
Anm. 23. 9.38 I.G.  
dPr. 30. 9.37  
Ert. 3. 4.39  
Ausg. 11. 7.39

Bevorzugte-Gew. von unges. KW bei der CO-Hy-  
drierung.

Man verwendet weniger als 2 Teile, vor-  
nehmlich 0.9 - 1.5 Tl. H<sub>2</sub> auf 1 Tl. CO u.  
erhält dies Verhältnis durch H<sub>2</sub>-Zugabe auf-  
recht.

In einem Gasegemisch aus 42.7% CO u.  
49.1% H<sub>2</sub>, Rest N<sub>2</sub> u. CO<sub>2</sub>, werden H<sub>2</sub> u. CO

~~195°C u. 1 at im Verhältnis 1:2 verbraucht. Es wird daher an 4~~  
über einen Co-Th-Na-Kieselgur-Kontakt bei  
Stellen 95% H<sub>2</sub> in einer Menge von 36 l auf 100 l Wassergas zugefügt.  
Es werden 112 g fl. Prodd. je m<sup>3</sup> erhalten. Der bis 180° übergehende  
Anteil hat die Octanzahl 55.

FP 843 847 H. Koppers'  
Anm. 23. 9.38 Ind. Mij.  
dPr. 23. 9.37  
12.3.38  
Ert. 3. 4.39  
Ausg. 11. 7.39

Bei der Erzeugung von KW durch CO-Hydrierung  
bei normalem, mässig erhöhten od. erniedrig-  
ten Drucken wird das Synthesegas zuerst  
über einen Eisenkontakt u. darauf nach Ent-  
fernung der gebildeten K<sup>+</sup> über einen Co-  
oder Ni-Kontakt geleitet.

Identisch mit E.A. 27 807/38, Auslands-  
patentreferat v. 7.3.40, S. 475 (64).

# ENTALKOHOLISIERUNG XIII

(mit neuer Saftschneise)

000415

## EXTRAKTION I

| W. Z. | W. Z. | W. Z. | W. Z. | W. Z. | W. Z. | W. Z. | W. Z. | W. Z. | W. Z. | W. Z. |
|-------|-------|-------|-------|-------|-------|-------|-------|-------|-------|-------|
| 11.1  | 12.1  | 13.1  | 14.1  | 15.1  | 16.1  | 17.1  | 18.1  | 19.1  | 20.1  | 21.1  |
| 520   | 1215  | 65    | 5265  | 58    | 567   | 1786  | 92    | 1196  | 125   | 11570 |
| 75    | 20    | 29    | 4070  | 30    | 3000  | 25    | 570   | 46    | 3358  | 86    |
| 75    | 20    | 29    | 4070  | 30    | 3000  | 25    | 570   | 46    | 3358  | 86    |
| 75    | 20    | 29    | 4070  | 30    | 3000  | 25    | 570   | 46    | 3358  | 86    |
| 75    | 20    | 29    | 4070  | 30    | 3000  | 25    | 570   | 46    | 3358  | 86    |

## EXTRAKTION II

| W. Z. | W. Z. | W. Z. | W. Z. | W. Z. | W. Z. | W. Z. | W. Z. | W. Z. | W. Z. | W. Z. |
|-------|-------|-------|-------|-------|-------|-------|-------|-------|-------|-------|
| 22.1  | 23.1  | 24.1  | 25.1  | 26.1  | 27.1  | 28.1  | 29.1  | 30.1  | 31.1  | 32.1  |
| 1204  | 104   | 4972  | 96    | 344   | 1598  | 3330  | 1737  | 4453  | 9781  | 12938 |
| 1204  | 104   | 4972  | 96    | 344   | 1598  | 3330  | 1737  | 4453  | 9781  | 12938 |
| 1204  | 104   | 4972  | 96    | 344   | 1598  | 3330  | 1737  | 4453  | 9781  | 12938 |
| 1204  | 104   | 4972  | 96    | 344   | 1598  | 3330  | 1737  | 4453  | 9781  | 12938 |
| 1204  | 104   | 4972  | 96    | 344   | 1598  | 3330  | 1737  | 4453  | 9781  | 12938 |

Ertragsmenge: 789 mg. davon waren:

Falkonin: 210g = 26,6 %

Alkohol: 90g = 11,4 %

(Säure) 499g = 62,0 %

Zs. 789g = 100 %

Stammwasser:

OHZ: 38

1068 cm<sup>3</sup> Alkohol = 1408 g (D<sub>20</sub> = 0,793)

OHZ: 27 = 27,9 g Alkohol

1365 g

Einsoß: 1988 cm<sup>3</sup> Alkohol = 1490 g (D<sub>20</sub> = 0,757)

OHZ: 38 = 107 g Alkohol

1068 cm<sup>3</sup> Alkohol = 1408 g (D<sub>20</sub> = 0,793)

OHZ: 27 = 27,9 g Alkohol

1365 g

10-2-53





Funktionierung der Pumpenabteile von der  
(Leistungsfunktionierung)  
Einfüllhöhe

| Füllhöhe | Stufe | Anzahl % | Pro   | SPL WZ | NZ  | % Pz | VZ | % Ecken  | OHZ | % Alkohol | z-Zahl | % Alkohol<br>Gesamt |
|----------|-------|----------|-------|--------|-----|------|----|----------|-----|-----------|--------|---------------------|
| 0        | 104   | 7.6      | 0.988 | 9      | 0   | 0    | 0  | 0        | 6   | 0.3       | 5      | 1.02                |
| 1        | -110° | 3.3      | 0.788 | 925    | 0   | 0    | 0  | 0        | 11  | 2.5       | 8      | 0.88                |
| 2        | -130° | 10.2     | 0.795 | 125    | 0   | 0    | 0  | 0        | 19  | 4.9       | 9      | 0.50                |
| 3        | -140° | 10.7     | 0.758 | 140    | 0   | 0    | 0  | 0        | 25  | 7.0       | 10     | 0.75                |
| 4        | -178° | 10.8     | 0.764 | 180    | 0   | 0    | 0  | 0        | 25  | 8.0       | 11/12  | 0.86                |
| 5        | -190° | 18.7     | 0.771 | 200    | 0   | 0    | 3  | 0.9      | 24  | 8.9       | 13/14  | 2.11                |
| 6        | -20°  | 18.2     | 0.787 | 240    | 1.5 | 0    | 8  | 2.5/3.5/ | 23  | 9.4       | 15     | 4.52                |
| 7        | -150° | 4.0      | 0.803 | 120    | 5   | 0    | 26 | 3.65/    | 21  | 9.3       | 16/17  | 0.87                |
| 8        | >170° | 6.7      | -     | -      | 3.5 | 0    | 86 | 10/11/   | 35  | 1.8       | 19     | 0.91                |
| 9        | -100° | 8.0      | 0.769 | 230    | 0   | 0    | 0  | 0        | 27  | 10.0      | 19/19  |                     |

000419

Kontinuierliche Trennung von höheren Alkoholen und Kohlenwasserstoffen

| Dampfdruck<br>mm Hg  | EMULGATOR                   |                               | TRENNUNG                    |                               | EXTRAKTION   |              | EXTRAKTION   |              | GES. Extr. | Extr. St. | EN. Extr. | Dampfdruck<br>mm Hg  |      |    |    |      |     |      |      |       |       |    |
|--|-----------------------------|-------------------------------|-----------------------------|-------------------------------|--------------|--------------|--------------|--------------|------------|-----------|-----------|--|------|----|----|------|-----|------|------|-------|-------|----|
|  | Dieselöl<br>cm <sup>3</sup> | Seifenlsg.<br>cm <sup>3</sup> | Dieselöl<br>cm <sup>3</sup> | Seifenlsg.<br>cm <sup>3</sup> | Extrakt<br>g | Extrakt<br>g | Extrakt<br>g | Extrakt<br>g |            |           |           |  |      |    |    |      |     |      |      |       |       |    |
| 2. 290   | 222                         | 8                             | 1776                        | 20                            | 9.1          | 272          | 165          | 1.5          | 240        | 81.2      | 35        | 19   | 665  | 19 | 44 | 816  | 54  | 1507 | 365  | 1012  | 1:1.8 | 36 |
| 2. 350   | 248                         | 8                             | 2240                        | 20                            | 9.1          | 272          | 207          | 1.7          | 363        | 78.8      | 33        | 33   | 760  | 19 | 41 | 575  | 37  | 1335 | 1012 | 1:1.8 | 49    |    |
| 2. 410   | 267                         | 8                             | 2720                        | 20                            | 9.1          | 272          | 257          | 1.3          | 209        | 84.3      | 29        | 20   | 500  | 19 | 37 | 570  | 48  | 1770 | 819  | 1:1.5 | 86    |    |
| 2. 495   | 301                         | 8                             | 3720                        | 20                            | 9.1          | 337          | 252          | 0.65         | 163        | 82.0      | 34        | 19   | 646  | 27 | 39 | 9053 | 61  | 1697 | 1234 | 1:1.4 | 37    |    |
| 1. 620   | 383                         | 20                            | 640                         | 1000                          | 20           | 9.1          | 339          | 257          | 7          | 700       | 33        | 45   | 1485 | 22 | 44 | 2785 | 55  | 3660 | 1100 | 1:1.7 | 52    |    |
| 1. 690   | 399                         | 20                            | 5780                        | 1000                          | 20           | 9.1          | 352          | 277          | 3.5        | 915       | 25        | 39   | 3332 | 52 | 72 | 3742 | 137 | 2074 | 1015 | 1:1.2 | 57    |    |
| 1. 690   | 413                         | 20                            | 3860                        | 1075                          | 20           | 9.1          | 375          | 286          | 2.1        | 893       | 39        | 43   | 1675 | 25 | 92 | 2300 | 84  | 3475 | 1070 | 1:1.7 | 34    |    |
| <p>Bei 2. und 3. durchg. Verhältnis<br/>von Öl zu 20 auf Öl: Seifenlsg.<br/>1:2 : Öl 6.5 ~ 96.7% mit 1: 3 bis 4;<br/>Meth. - Entfernung.<br/>Versuche vom Aug/Sept. 1942</p> |                             |                               |                             |                               |              |              |              |              |            |           |           | <p>durchg. hind. sind<br/>ca. 40 cm<sup>3</sup>/Stund.<br/>20. Januar 1942<br/>A. Hildebrand</p> |      |    |    |      |     |      |      |       |       |    |

Erstherstellung von Kandi-Schokolade 02.11.15

000129

Seifensüßung: 2,5 %ig

| K. Nr. | Gewicht<br>g | Temperatur<br>°C | Seifensüßung<br>% | Mischmenge: Öl: |     | Korrekturen<br>g | Korrekturen<br>% | Korrekturen<br>g | Korrekturen<br>% |
|--------|--------------|------------------|-------------------|-----------------|-----|------------------|------------------|------------------|------------------|
|        |              |                  |                   | g               | %   |                  |                  |                  |                  |
| 14     | 3350         | 20               | 2,5               | 10              | 285 | 1,5              | 91,5             | 670              | 6,0              |
| 15     | 3257         | 20               | 2,5               | 9               | 254 | 1,0              | 11,0             | 679              | 6,0              |
| 16     | 3200         | 20               | 2,5               | 7               | 192 | 0,2              | 9,2              | 698              | 6,0              |
| 17     | 3357         | 20               | 2,5               | 6               | 191 | 1,9              | 96,1             | 595              | 6,0              |
| 18     | 3257         | 20               | 2,5               | 7               | 150 | 4,6              | 95,4             | 580              | 6,0              |
| 19     | 3200         | 20               | 2,5               | 7               | 157 | 4,9              | 95,1             | 571              | 6,0              |

# Entalkolisieren von Krackalalkoholen C<sub>10</sub> 17.15.

| N. Versuch | Gew. ml | Gew. g | Temperatur °C | Verhältnis | Zugzeit min | Staubbrücken: Öl |      | Alkohol |     |      |      |      |      |      |
|------------|---------|--------|---------------|------------|-------------|------------------|------|---------|-----|------|------|------|------|------|
|            |         |        |               |            |             | g                | ml   | g       | ml  |      |      |      |      |      |
| 20         | 50      | 24     | 1200          | 1:3        | 20          | 1                | 40.9 | 88.5    | 5   | 2.04 | 170  | 81.0 | 734  | 6.15 |
| 21         | 50      | 23.5   | 1175          | 1:3        | 20          | 1                | 41.0 | 87.6    | 5.5 | 3.48 | 186  | 70.4 | 612  | 6.10 |
| 22         | 50      | 21     | 1050          | 1:3        | 20          | 1                | 40.8 | 86.7    | 9   | 3.67 | 249  | 65.1 | 565  | 6.10 |
| 23         | 50      | 27     | 1200          | 1:5        | 20          | 1                | 32.5 | 80.0    | 5   | 1.88 | 156  | 49.4 | 420  | 6.12 |
| 24         | 50      | 31.5   | 1175          | 1:5        | 20          | 1                | 32.2 | 80.6    | 4   | 1.99 | 12.7 | 82.3 | 70.4 | 6.10 |
| 25         | 50      | 31     | 1050          | 1:5        | 20          | 1                | 32.5 | 80.7    | 8   | 3.00 | 29.5 | 71.5 | 572  | 6.15 |
| 26         | 50      | 33     | 1350          | 1:3        | 20          | 1                | 34.0 | 85.5    | 14  | 4.86 | 19.2 | 85.8 | 73.5 | 6.11 |
| 27         | 50      | 35     | 1251          | 1:3        | 20          | 1                | 33.2 | 83.6    | 17  | 3.63 | 13.2 | 81.7 | 70.0 | 6.10 |
| 28         | 50      | 34     | 1200          | 1:3        | 20          | 1                | 33.5 | 85.3    | 17  | 5.70 | 17.8 | 82.2 | 70.2 | 6.15 |
| 29         | 50      | 37     | 1350          | 1:5        | 20          | 1                | 27.0 | 68.6    | 11  | 2.97 | 49.4 | 88.6 | 60.1 | 6.15 |
| 30         | 50      | 35     | 1250          | 1:5        | 20          | 1                | 26.0 | 63.5    | 10  | 2.60 | 2.0  | 92.0 | 62.1 | 6.10 |
| 31         | 50      | 34     | 1200          | 1:5        | 20          | 1                | 25.5 | 66.2    | 15  | 3.83 | 11.9 | 88.1 | 58.4 | 6.15 |

16. 9. 12. Buchner.

Ethanolholol: wie in vom Land-Zellulose Bes. 11, 15.

000122

| Nr  | Empf. uned. Alkohol | Gewicht | Seifenlösung | 30% Seifenlösung | Aufbringen: 0.1 | Alkohol |
|-----|---------------------|---------|--------------|------------------|-----------------|---------|
|     | mg/ml               | ml      | ml           | ml               | ml              | ml      |
| 16  | 1200                | 100     | 1:2          | 20               | 31.1            | 221     |
| 17  | 1175                | 100     | 1:2          | 20               | 33.2            | 254     |
| 18  | 1050                | 100     | 1:2          | 20               | 34.3            | 277     |
| 19  | 3350                | 100     | 1:2          | 20               | 23.5            | 319     |
| 20  | 3250                | 100     | 1:2          | 20               | 23.0            | 322     |
| 21  | 3200                | 100     | 1:2          | 20               | 22.5            | 375     |
| 310 |                     | 600     |              |                  | 169.0           |         |

Zu der Seifenlösung wird angeschlossen: 10.0g N + Alkohol

11.9.42. Fischer

Erntelohndaten von Fruchtstücken Ca. 19. 10.  
 eine Stunde mit 2-3 Liter Wasser

000123

| N          | Einzel- und Mittel-<br>Gewicht | Gewicht<br>cm <sup>3</sup> | Gewicht<br>g | Temperatur<br>°C | Verhältnis<br>1:5 | Einzel-<br>Gewicht<br>g | Einzel-<br>Temperatur<br>°C | Ausbringung<br>g | Einzel-<br>Temperatur<br>°C | Einzel-<br>Gewicht<br>g | Einzel-<br>Temperatur<br>°C | Alkohol<br>% | Alkohol<br>% | Alkohol<br>% | Alkohol<br>% |
|------------|--------------------------------|----------------------------|--------------|------------------|-------------------|-------------------------|-----------------------------|------------------|-----------------------------|-------------------------|-----------------------------|--------------|--------------|--------------|--------------|
|            |                                |                            |              |                  |                   |                         |                             |                  |                             |                         |                             |              |              |              |              |
| 1          | 27                             | 2400                       | 250          | 20               | 1:5               | 405                     | 7.5                         | 325              | 82.5                        | 38.5                    | 71.1                        | 63.6         | 61.4         | 61.4         |              |
| 2          | 24                             | 1200                       | 500          | 20               | 1:10              | 37.5                    | 6.7                         | 257              | 20.1                        | 71.1                    | 63.6                        | 61.4         | 61.4         |              |              |
| 3          | 27                             | 1200                       | 1000         | 20               | 1:20              | 270                     | 3.0                         | 31               | 6.1                         | 71.1                    | 63.6                        | 61.4         | 61.4         |              |              |
| 4          | 27                             | 1200                       | 150          | 20               | 1:3               | 42.1                    | 5.3                         | 323              | 10.6                        | 61.4                    | 63.6                        | 61.4         | 61.4         |              |              |
| 5          | 27                             | 1175                       | 250          | 20               | 1:5               | 410                     | 9.5                         | 389              | 18.8                        | 71.1                    | 63.6                        | 61.4         | 61.4         |              |              |
| 6          | 27                             | 1175                       | 500          | 20               | 1:10              | 32.0                    | 8.3                         | 374              | 26.7                        | 71.1                    | 63.6                        | 61.4         | 61.4         |              |              |
| 7          | 27                             | 1175                       | 1000         | 20               | 1:20              | 22.0                    | 8.0                         | 835              | 7.1                         | 71.1                    | 63.6                        | 61.4         | 61.4         |              |              |
| 8          | 27                             | 1175                       | 150          | 20               | 1:3               | 42.2                    | 6.7                         | 357              | 21.9                        | 71.1                    | 63.6                        | 61.4         | 61.4         |              |              |
| 9          | 27                             | 1250                       | 270          | 20               | 1:5               | 40.5                    | 7.0                         | 405              | 32.9                        | 67.6                    | 58.7                        | 61.4         | 61.4         |              |              |
| 10         | 27                             | 1050                       | 570          | 20               | 1:10              | 37.9                    | 8.5                         | 497              | 18.8                        | 81.2                    | 66.7                        | 61.4         | 61.4         |              |              |
| 11         | 27                             | 1050                       | 1000         | 20               | 1:20              | 27.0                    | 2.2                         | 33               | 7.0                         | 92.0                    | 54.6                        | 61.4         | 61.4         |              |              |
| 12         | 27                             | 1050                       | 150          | 20               | 1:3               | 42.0                    | 9.0                         | 378              | 35.9                        | 64.1                    | 57.0                        | 61.4         | 61.4         |              |              |
| 13         | 27                             | 3700                       | 270          | 20               | 1:5               | 33.5                    | 3.0                         | 1005             | 32.7                        | 67.6                    | 53.3                        | 61.4         | 61.4         |              |              |
| 14         | 27                             | 2950                       | 270          | 20               | 1:5               | 33.5                    | 2.60                        | 827              | 29.5                        | 70.5                    | 56.2                        | 61.4         | 61.4         |              |              |
| 15         | 27                             | 2900                       | 250          | 20               | 1:5               | 33.5                    | 3.3                         | 1105             | 39.5                        | 60.5                    | 47.0                        | 61.4         | 61.4         |              |              |
| 12. Mittel | 27                             | 1050                       | 150          | 20               | 1:3               | 41.7                    | 91.2                        | 291              | 27.7                        | 72.3                    | 66.0                        | 61.4         | 61.4         |              |              |

Alkoholschl. ca. 10%

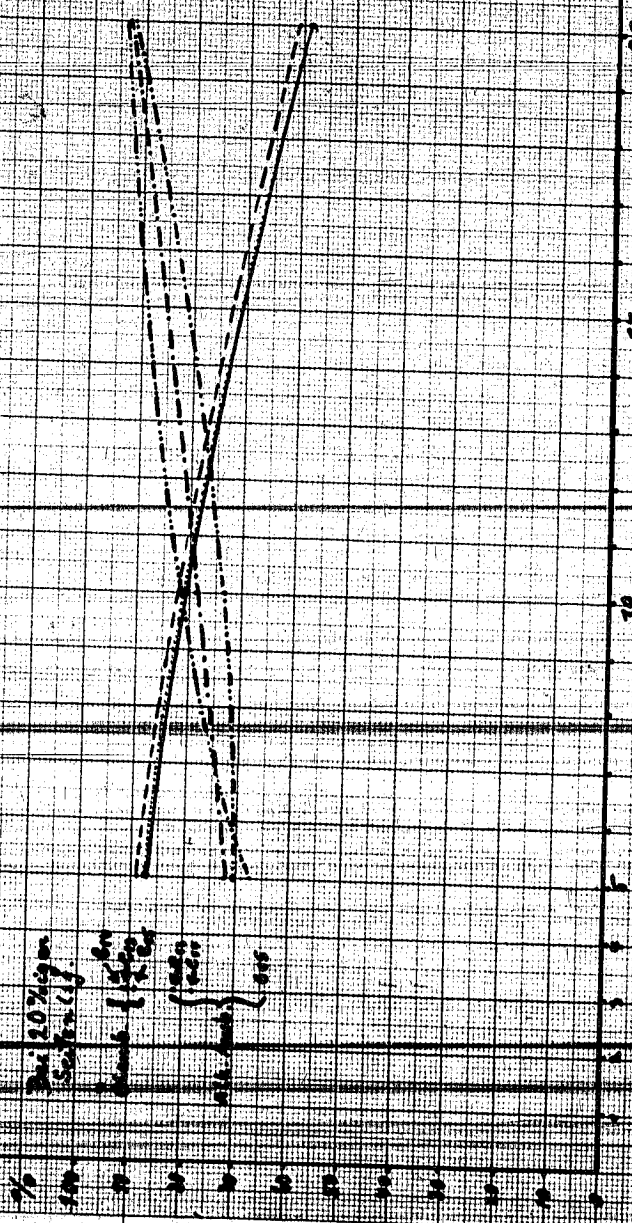
Alkoholschl. ca. 10%

000424

Entkalklösung mit Ammoniumcarbonat (10%)  
mit 10% igen Na-Sulfid

Stammröhren  
C19  
C18  
C15  
Alkoholkolonne  
C13  
C14  
C16

Bei 20% igen  
Sulfid  
Kurve 1  
C19  
C18  
C15  
C13  
C14  
C16

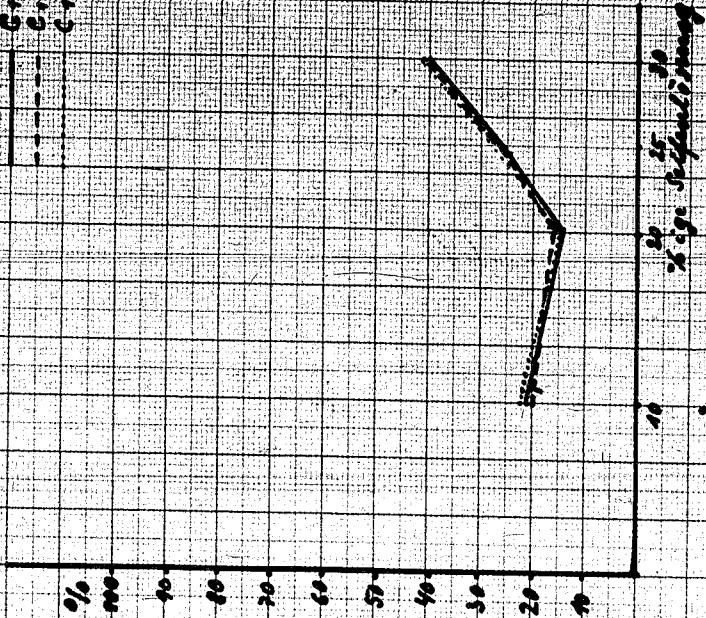


Endes Volumen 20%  
Sulfidlösung

9.9.42.  
Büchner.

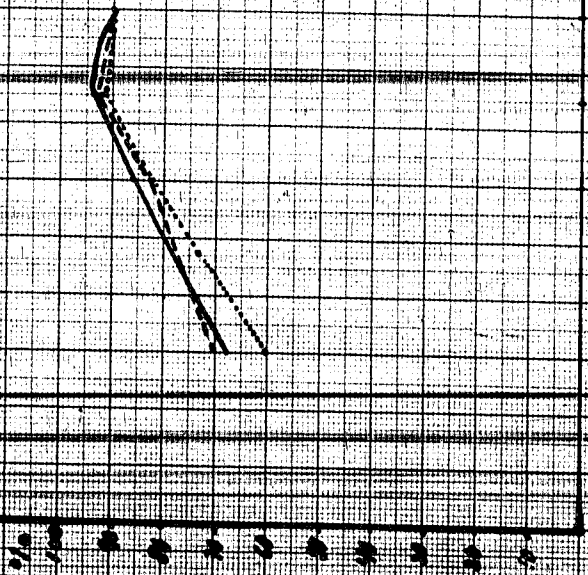
000425

———— C<sub>17</sub>  
 - - - - C<sub>18</sub>  
 - - - - C<sub>19</sub>



Ölkomposition

Endalkoholwerte von  
 12.5 bis 30% Säuflösung  
 bei 60°C, 100°C  
 und Säuflösungen  
 von 10% bis 30%

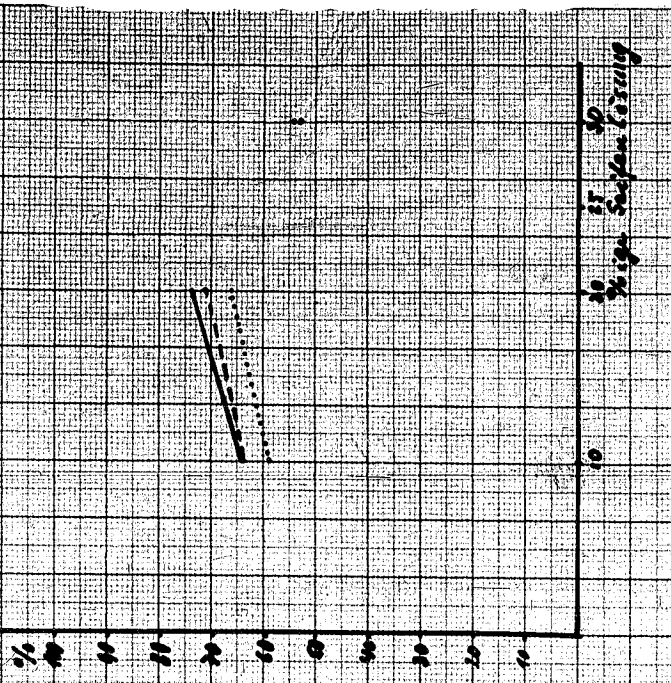


Alkoholbestimmung



Wirkungsgrad bei 10% Reha (tobol)

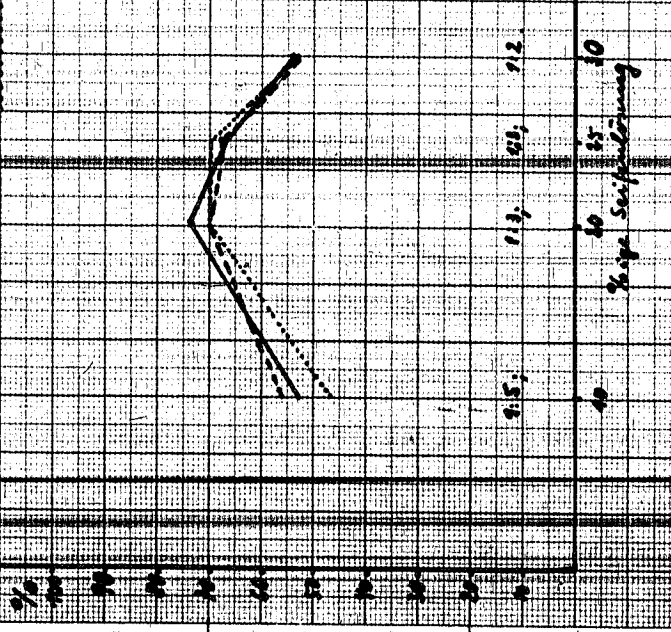
000426



Wirkungsgrad bei 22% Reha (tobol)

% Alkohol bindung x % Ölbindung  
100.

Control }  
Control + 22% Zn }  
Control + 22% Zn (dotted)



1.5; 1.3; 1.1; 1.2