

16

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

T-436

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

Vorläufiger Bericht.

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

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

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

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

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

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

Vorläufig kann man also sagen:

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

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

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

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

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

Verz. Nr. 717
 Leuna Produkt
 (21.2.1941)

Leuna Synol Products
 Synolprodukt aus Leuna.
 Produkt ohne Vorbehandlung.
 not pretreated

Tafel 1
 Table 1

Fraktion	a	b	c	d	e	f	g	h
Anteil Proportion	-100°	100-150°	150-200°	-100°/2mm	-150°/2mm	-200°/2mm	-250°/2mm	Rückstand
	19,4 %	18,2 %	19,2 %	7,8 %	14,6 %	10,9 %	4,5 %	6,4 %
	Gasoline			Middle Oil				
	Benzin 56,8 %			Mittelöl 36,8 %				
Molgewicht	80	101	112	143	190	259	265	580
freie Alkohole	7,5 %	21,8 %	24,0 %	14,6 %	20,0 %	26,1 %	19,0 %	-
veresterte Alkohole	0,3 %	0,6 %	1,0 %	2,2 %	4,5 %	7,3 %	6,3 %	13,0 %
Gesamt-Alkohole	7,8 %	22,4 %	25,0 %	16,8 %	34,5 %	33,4 %	25,3 %	-
Aldehyd-Ketone	8,7 %	11,8 %	4,1 %	3,7 %	3,5 %	2,3 %	1,6 %	-
freie Säuren	0,0 %	0,6 %	0,6 %	0,1 %	0,1 %	0,1 %	0,3 %	-
Olafine: (Hydrogen number)								
n-Hydriernzahl	44,8 %	30,5 %	21,8 %	27,2 %	23,4 %	19,0 %	13,7 %	9 %
n-Jodzahl (Hanus)	51,0 %	30,5 %	22,6 %	28,6 %	26,0 %	22,6 %	19,8 %	41 %

237

Exp. No. 219

Vers. Nr. 719
75 cm ~~Leuna~~ reactors.

2695-341

Product from Feucht Vapor-Phase Reactors

Tafel 3.

Produkt aus großen Gasphase-Ofen.

Catalyst: Fusaricatalyst (Leuna)
 Kontakt: Schmelzkontakt (Leuna) Temp. 195° 20 At.
 (conversion) space-time yield
 Umsatz 20-30 % Leistung 0,2

Produkt ohne Vorbehandlung *Products not pretreated*

	a	b	c	d	e	f	g	h
Fraktion	-100°	100-150°	150-200°	-100°/3mm	-150°/2mm	-200°/2mm	-250°/2mm	Rückstand
Anteil	27,4 %	15,3 %	12,7 %	7,8 %	16,8 %	10,3 %	4,7 %	5 %
	Benzin 45,4 %			Mittelöl 39,6 %				
Molegewicht	83	95	116	149	206	249	306	830
freie Alkohole	22,2 %	24,0 %	24,0 %	24,0 %	21,3 %	14,7 %	21,5 %	11,5 %
veresterte Alkohole	2,1 %	0,7 %	5,0 %	9,1 %	15,0 %	20,0 %	28,0 %	41,0 %
Gesamt Alkohole	24,3 %	24,7 %	29,0 %	33,1 %	36,5 %	34,7 %	49,5 %	52,5 %
Aldehyde-Ketone	24,8 %	16,5 %	0,9 %	7,4 %	4,6 %	5,1 %	7,1 %	68,0 %
freie Säuren	0,15 %	4,1 %	2,7 %	0,1 %	0,1 %	0,1 %	0,2 %	0,5 %
Olefine								
n-Hydriernzahl	33,0 %	22,2 %	17,5 %	20,6 %	14,7 %	9,2 %	12,2 %	
n-Jodzahl (Saus)	45,0 %	19,4 %	20,7 %	25,0 %	18,0 %	18,0 %	26 %	

131

Table
Tafel 5

Exp.
Vers. Nr. 716
H. reaction - Gfer?
(20.5.1941)

Products from gas circulation reactors

Produkt aus Gasumwälzofen.

Catalyst: Schmelzkontakt, fein (Leuna) Temp 195° 20 Atm
 Kontakt: Schmelzkontakt, fein (Leuna) Temp 195° 20 Atm
 conversion ca 50-60 % Umsatz Leistung 0,4 norm. Verweilzeit.

ca 50-60 % Umsatz Leistung 0,4 norm. Verweilzeit.

Produkt ohne Vorbehandlung. prod. not pretreated

Fraktion	a	b	c	d	e	f	g	h
	-100°	100-150°	150-200°	-100°/5mm	-150°/2mm	-200°/2mm	-250°/2mm	Rückstd.
Anteil	11,7 %	8,9 %	9,8 %	3,9 %	14,6 %	14,5 %	6,4 %	30,9 %
	Benzin 30,4 %			Mittelöl 38,8 %				
Molegewicht	74	91	123	162	193	246	292	560
freie Alkohole	15,4 %	27,5 %	24,1 %	19,0 %	13,2 %	9,4 %	16,7 %	15,0 %
veresterte Alkohole	1,2 %	2,0 %	3,5 %	6,0 %	7,2 %	8,5 %	13,0 %	19,0 %
Gesamt-Alkohole	16,6 %	29,5 %	27,6 %	25,0 %	20,4 %	17,9 %	29,7 %	34,0 %
Aldehyde + Ketone	6,6 %	9,5 %	4,4 %	5,4 %	3,2 %	3,1 %	5,8 %	26,0 %
freie Säuren	0,5 %	6,1 %	4,9 %	0,8 %	0,5 %	0,3 %	0,4 %	0,6 %
Olefine								
n-Hydriernahl	45 %	39 %	47 %	48 %	34 %	21 %	28 %	6,5 %
n-Jodzahl (Hanus)	53 %	38 %	47 %	42 %	34 %	28 %	39 %	41 %

Sauerstoff nicht bestimmt.
oxygen not determined.

187

E+P
 Vers No. 724
 U reaktor-Ordn. 2
 25.6.1941

Tafel 6

Produkt aus Gasumwälzofen
 Catalyst: ~~Fischer catalyst~~
 Kontakt: Schmelzkontakt (Lena) Temp: 195° 20 At
 on 20 % Gasausbeute 0,2 Leistung geringe Verweilzeit
 Produkt ohne Vorbehandlung Product not pretreated

Praktischer Anteil	a 100°	b 100-150°	c 150-200°	d -100°/2mm	e -150°/2mm	f -200°/2mm	g -250°/2mm	h -275°/2mm	i Rückstd
	15,2 %	16,4 %	13,2 %	8,4 %	10,4 %	8,0 %	5,9 %	2,4 %	19,5 %
	Benzin 45,8 %			Mittelöl 32,8 %		feste Anteile 22,0 %			
Molgewicht	79	90	127	173	198	244	283	327	700
freie Alkohole	4,7 %	5,0 %	2,8 %	2,9 %	18,0 %	8,7 %	16,0 %	15,4 %	11 %
veresterte Alkohole	1,3 %	1,6 %	3,5 %	6,5 %	11,0 %	15,3 %	15,0 %	13,9 %	23,4 %
Gewicht-Alkohole	4,3 %	3,6 %	31,5 %	35,5 %	29,0 %	24,0 %	31,0 %	29,3 %	34,4 %
Aldehyde+Ketone	7,3 %	7,3 %	24,4 %	3,8 %	3,8 %	3,7 %	4,5 %	3,8 %	49,0 %
freie Säuren	0,5 %	3,6 %	2,0 %	0,3 %	0,2 %	0,2 %	0,2 %	0,3 %	0,5 %
Olefine									
n Hydrierzahl	53 %	41 %	44,5 %	42,5 %	34,5 %	30,0 %	14,5 %	18,4 %	-
n Jodzahl (Hanus)	59 %	42,5 %	44,5 %	51,0 %	42,5 %	38,0 %	33,6 %	35,6 %	45 %
Sauerstoff	6,7 %	8,5 %	7,8 %	5,0 %	4,7 %	3,6 %	3,4 %	3,3 %	2,9 %

Benzin 45,8 %

031

ers Nr. 72
 0-Ofer 1
 28. 1941

Tafel 7

Produkt aus Gasumwälzöfen.

(see table 6)

Kontakt: Schmelzkontakt (Luma) Temp. 195° 20 At
 abt conversion space-time yield short residence time
 ca 15 % Umsatz: 0,2 Leistung. geringe Verweilzeit.

Produkt vor der Destillation mit 5 % KOH entsäuert und 4 x nachgewaschen.
 Product deacidified with 5% KOH before distillation, washed 4 times

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

131

Exp. 724
 Vers. Nr. 720
 11. reactor
 11. 6. 1941

Products from stirred foam reactors

Tafel 8

Catalyst powderte rused catalyst
 Katalysat. Pulver Schmelzkontakt (Leuna) Temp. 210° 20 Atm
 alt conversion space-time yield from 12 days run
 20 % Umsatz Leistung 0,15 von 12 Tagen Laufzeit.
 Produkt ohne Vorbehandlung Product not pretreated

Fraction	100°	b 100-150°	c 150-200°	d -100°/2mm	e -150°/2mm	f -200°/2mm ^x	g Rückstand
Anteil	10,5 %	5,4 %	10,1 %	6,2 %	12,9 % (2,1)	47,9 %	5,1 %
Molgewicht	80	91	117	Mittel 161	71,4 % ^x	66,2	
freie Alkohole	17,0 %	15,2 %	18,2 %	22,6 %	23,8 %	14,8 %	7,8 %
schwerere Alkohole	2,3 %	3,0 %	6,5 %	9,1 %	14,3 %	17,0 %	35,0 %
Carboxyl-Alkohole	19,2 %	18,2 %	24,7 %	31,7 %	38,1 %	31,8 %	42,8 %
Aldehyde & Ketone	14,9 %	9,2 %	10,9 %	9,4 %	7,0 %	7,7 %	34,0 %
freie Säuren	10,7 %	5,3 %	3,4 %	0,5 %	0,4 %	0,1 %	0,9 %
Olefine							
Hydrate		20 %	39,6 %	35,8 %	30,0 %	27,5 %	
Wasser		34,1 %	37 %	36 %	33,7 %	29,7 %	44,5 %
Sauerstoff	11-18 %	13,6 %	10-46 %	7,49 %	6,52 %	4,53 %	6,97 %

Die schwerere Fraktion erklärt sich durch eine teilw. Ergänzung aus dem Ofenzumpf.

Die Probe wurde (wiederholt, Vers. Nr. 725)

The larger size of this fraction must be explained by ^apartial carrying over of the liquid phase
 Test was repeated at a later date Exp. 725

Handwritten calculations and notes:

$$\frac{33.8}{25.6} = 1.31$$

$$\frac{12.4}{10.1} = 1.22$$

$$\frac{66.4}{54.1} = 1.23$$

$$\frac{71.4}{57.1} = 1.25$$

Exp.
Vers. Nr. 725
U-Ofen 5
28.6.1941

Tafel 9

Produkt aus Rührschaumofen.

Kontakt: Pulver-Schmelzkontakt (Leuna) Temp. 200° 2n

Repetition of exp. 720, after 5 weeks operation
Versuchswiederholung von Vers. 720 nach 5 Wochen Laufzeit.

Produkt ohne Vorbehandlung. *Product not pretreated*

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

231

Exp. No.
 Vers. Nr. 730
 U-Ofen 3 st. Reactor. 3.
 4.8.1941

Product from stirred foam reactor

Tafel 10

Produkt aus Rührschaumofen.

as in 8 → Kontakt: (Pulver. Sch. kontakt) Temp. 210° 20 At.

Produkt vor der Destillation mit 5% KOH entsäuert und 4 x nachgewaschen.
 Product decalcified before distillation with 5% KOH, washed 4 times

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

131

Exp.
Vers. Nr. 131

U-Ofen 6
14.8.1941

Tafel 11

Produkt aus Rührschaumofen.

Catalyst P₂ (red iron oxide catalyst)
Kontakt P 2 (Eisenrot-Kontakt) Temp. 250° 20 At.
Product deacidified with 5% KOH before distillation and washed 4 times
Produkt vor der Destillation mit 5% KOH entsäuert und 4 x nachgewaschen.

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

207

UNITED STATES
DEPARTMENT OF THE INTERIOR
BUREAU OF MINES
OFFICE OF SYNTHETIC LIQUID FUEL
LOUISIANA, MISSOURI

From Dr. M. Pier's File

T-436

W. M. Sternberg
January 12, 1948

High Pressure Experiments
Ludwigshafen, 558

August 27, 1941--L
Schmi/R

COMPARISON OF PRODUCTS OF VAPOR PHASE AND
FOAM PHASE SYNTHESSES AT DIFFERENT TEMPERATURES

- Table 1 Synol products from Leuna with no pretreatment.
- Table 2 Synol products from Leuna de-acidified before distillation.
- Table 3 Products from straight vapor phase reactors at 195°C, experimental conditions as in 1 (Leuna) no pretreatment.
- Table 4 Products of straight vapor phase reactors at 195°C, experimental conditions as in 2 (Leuna), de-acidified before distillation.
- Table 5 Products from gas circulation reactors with a normal thruput at 195°C, no pretreatment.
- Table 6 Products from gas circulation reactors with a short residence time at 195°C, no pretreatment.
- Table 7 Products from circulation reactor with short residence time at 195°C, de-acidified before distillation.
- Table 8 Products from stirred foam reactors temperature 210°C, no pretreatment.
- Table 9 Repetition of table 8.
- Table 10 Products of stirred foam reactors temperature 210°C, de-acidified before distillation.

Table 11 Products of stirred foam reactors temperature 250°C, de-acidified before distillation.

Preliminary Report

Before a final judgement on the value of our synthesis oil process for the production of synol can be given, the results of a few outstanding tests and their comparison of the results of the tests of synol products from Leuna must be obtained.

The original products and the products freed from acid before distillation have been investigated. According to Dr. Reisinger, analysis does not include alcohols as such as the products are not freed from acids before testing.

Differences are not very great according to our investigations, presumably because some of the alcohols were lost in the washing. Work is still continued to find out to what extent this is true.

The following results can be found from comparison of the original synol products (table 1 from Leuna) with the products from our small Fischer reactor (table 3) and with the products from gas circulation reactors (table 5, 6, and 7).

The free alcohol content of the middle oil fraction is around 25 percent on the average in the Leuna product and 20 percent in our product from the Fischer reactor;

they amount to 15 percent in the products from our gas circulation furnaces with a longer time of residence, 15 percent with a shorter time of residence and 18 to 20 percent after a previous de-acidifying of the products.

The total alcohol content in the Leuna product is 29 percent, 35 percent in the Fischer reactor, 24 percent in the gas no-circulation reactors with a long residence time, 22 percent with a short residence time and 29 percent after a previous de-acidifying.

We may make the following preliminary statement:

The difference between the straight passage and the circulation reactors is slight. The former are however, better adapted for the synthesis of synol. We could give no information of the contents of the higher alcohols such as reported by Dr. Menzel. Analyses made in Leuna are not available. We have, however, requested some products for investigation and asked for a testing by the Leuna method. There are, however, no fundamental differences in the products investigated in both places.

The products of the stirred foam reactors at 210°C containing 12 percent of free alcohols before being de-acidified, with 29 percent total alcohols, and after being de-acidified 20 percent free alcohols

and 28 percent total alcohols.

The products from the foam reactors at 250°C (method of operations for middle oil production) contain 11 percent free alcohols after de-acidifying and 14 percent total alcohols in the middle oil fraction.

The olefin content is always the higher the lower the alcohol content.

The sum of olefins and alcohols is higher in the products of our method of synthesis than in the synol products from Leuna.

T-436

Table 1

Experiment No. 717
 Leuna Product
 May 21, 1941

Leuna Synol Products not Pretreated

Fraction	A -100°	B 100-150°	C 150-200°	D -100°/2mm	E -150°/2mm	F -200°/2mm	G -250°/2mm	H Residue
Proportion	19.4%	18.2%	19.2%	7.8%	14.6%	10.9%	4.5%	6.4%
	Gasoline 56.6%			Middle Oil 36.8%				
Mol. weight	80	101	112	143	190	259	265	580
Free alcohols	7.5%	21.8%	24.0%	14.6%	20.0%	25.7%	19.0%	-
Esterified alcohols	0.3%	0.6%	1.0%	2.2%	4.5%	7.3%	6.3%	13.0%
Total alcohols	7.8%	22.4%	25.0%	16.8%	24.5%	33.4%	25.3%	-
Aldehyde + Ketones	3.7%	11.8%	4.1%	3.7%	3.5%	2.3%	1.6%	-
Free acids	0.60%	0.6%	0.5%	0.1%	0.1%	0.1%	0.3%	-
Olefins (hydrogenat. No.)	44.8%	30.5%	21.8%	27.2%	23.4%	19.0%	13.7%	9%
Iodine no. (Hantz)	51.0%	30.5%	22.6%	28.6%	25.0%	22.6%	19.8%	41%

193-2

Experiment No. 719
75 cm reactors
May 26, 1941

-6-

T-436

Product from Straight Vapor Phase Reactors

Table 3

Catalyst: Fused catalyst (Leuna) Temp. 195° 20 atm
Conversion 20 - 30 percent space-time yield 0.2
Products not pretreated

Fraction	A -100°	B 100-150°	C 150-200°	D -100°/3mm	E -150°/2mm	F -200°/2mm	G -250°/2mm	H Residue
Proportion	27.4%	15.3%	12.7%	7.8%	16.8%	10.3%	4.7%	5%
	Gasoline 55.4%			Middle Oil	39.6%			
Mol. weight	85	95	116	149	205	249	305	800
Free alcohols	22.2%	24.0%	24.0%	24.0%	21.3%	14.7%	21.5%	11.5%
Esterified alcohols	2.1%	0.7%	5.0%	9.1%	15.0%	20.0%	28.0%	41.0%
Total alcohols	24.3%	24.7%	29.0%	33.1%	36.5%	34.7%	49.5%	52.5%
Aldehyde + Ketones	24.8%	16.5%	8.9%	7.4%	4.6%	5.1%	7.1%	68.0%
Free acids	0.15%	4.1%	2.7%	0.1%	0.1%	0.1%	0.2%	0.5%
Olefins (hydroxynat. no.)	33.0%	22.2%	17.5%	20.6%	14.7%	9.2%	12.2%	
Iodine no. (Hanus)	45.0%	19.4%	20.7%	25.0%	18.0%	18.0%	26%	

195-2

Experiment No. 716
U-reactor 2
May 20, 1941

-7-

T-436
Table 5

Products from Gas Circulation Reactors

Catalyst: Fused, finely ground (Lousa) Temp 195° 20atm
Conversion abt. 50 - 60% space-time yield 0.4 norm. residence time
Product not pretreated

Fraction	A	B	C	D	E	F	G	H
	-100°	100-150°	150-200°	-100°/5mm	-150°/2mm	-200°/2mm	-250°/2mm	Residue
Proportion	11.7%	8.5%	9.5%	3.9%	14.6%	14.5%	6.4%	30.9%
	Gasoline 30.4%			Middle Oil 38.8%				
Mol. weight	74	91	123	162	193	245	292	560
Free alcohols	15.4%	27.3%	24.1%	19.0%	13.2%	9.4%	16.7%	45.0%
Esterified alcohols	1.2%	2.0%	3.5%	6.0%	7.2%	3.5%	13.0%	19.0%
Total alcohols	15.6%	29.3%	27.6%	25.0%	20.4%	17.9%	29.7%	34.0%
Aldehyde + Ketones	6.6%	9.5%	4.4%	5.4%	3.2%	3.1%	6.8%	26.0%
Free acids	0.6%	6.1%	4.9%	0.8%	0.5%	0.3%	0.4%	0.6%
Olefins (hydrogenat. no.)	46%	39%	47%	48%	34%	21%	28%	6.5%
Iodine no. (Hanus)	53%	32%	47%	42%	34%	28%	39%	41%
Oxygen was not determined								

195
p. 9

Experiments No. 724
U-Reactor 2
June 25, 1941

Product from Gas Circulation Reactors

Catalyst: Fused catalyst (Leuna) Temp 195°, 20 atm.
abt 20% gas yield 0.2 space-time yield short residence time
Product not pre-treated

	A	B	C	D	E	F	G	H	I
Fraction	-100°	100-150°	150-200°	-100°/2mm	-150°/2mm	-200°/2mm	-250°/2mm	-275°/2mm	Residue
Proportion	16.2%	16.4%	15.2%	8.4%	10.4%	8.0%	5.9%	2.4%	19.5%
	Gasoline 45.8%			Middle oil 32.8%				Solids 22.0%	
Mol. wt.	79	90	127	173	198	244	283	327	700
Free alcohols	43%	30%	28%	29%	18.0%	8.7%	16.0%	15.4%	11%
Esterified alcohols	1.3%	1.6%	3.5%	6.5%	11.0%	15.3%	25.0%	13.9%	23.4%
Total alcohols	44.3%	31.6%	31.5%	35.5%	29.0%	24.0%	31.0%	29.3%	34.4%
Aldehyde + Ketones	7.3%	7.3%	4.4%	3.8%	3.8%	3.7%	4.5%	3.8%	49.0%
Free acids	0.5%	3.6%	2.0%	0.3%	0.2%	0.2%	0.2%	0.3%	0.5%
Olefins (hydro. no)	53%	41%	44.5%	42.5%	34.5%	39.0%	14.5%	18.4%	-
Iodine no. (Santis)	50%	42.5%	44.5%	51.0%	42.5%	38.0%	33.6%	35.6%	45%
Oxygen	6.7%	6.6%	7.8%	5.0%	4.7%	3.6%	3.4%	3.3%	2.9%

195-7

Experiment No. 728
U-reactor 1
July 28, 1941

Products from Gas Circulation Reactors

Catalyst: Fused catalyst (Leuna) Temp. 195° 20 atm
abt. 15% conversion 0.2 space-time yield short residence time
Products deacidified with 5% KOH before distillation, washed 4 times

Fraction	A -100°	B 100-150°	C 150-200°	D -100°/18mm	E -150°/18mm	F -200°/18mm	G -250°/18mm	H 250°
Proportion	6.6%	22.5%	18.0%	3.4%	13.4%	23.3%	6.7%	5.2%
	Gasoline 48.0%			Middle oil 45.8%				
Nbl. weight	95	108	121	131	162	216	291	460
Free alcohol	7.8%	19.0%	28.7%	24.1%	28.5%	19.0%	13.8%	15.0%
Esterified alcohols	0.3%	0.8%	2.3%	2.7%	3.2%	3.8%	5.2%	16.2%
Total alcohol	8.2%	19.8%	31.0%	26.8%	31.7%	22.8%	19.0%	31.2%
Aldehyde + Ketones	5.7%	5.7%	9.0%	7.6%	6.5%	4.2%	7.8%	92.0%
Free acids	0.01%	0.01%	0.01%	0.01%	0.01%	0.01%	0.01%	0.01%
Olofins (Hydro. No.)	65%	59%	46%	46%	38%	23.5%	46%	13%
Iodine no. (Manus)	65%	52%	34.5%	35.5%	29%	20%	20%	48%
Oxygen	4.2%	5.6%	7.2%	6.0%	5.3%	2.8%	2.3%	4.7%

1952

Experiment No. 720
U-reactor 5
June 4, 1941

Products from Stirred Foam Reactors

Catalyst: Powdered fused catalyst (Lbuna) Temp. 210° 20 atm.
abt. 20% conversion space-time yield 0.15 from 12 days run.
Product not pretreated.

Fraction	A -100°	B 100-150°	C 150-200°	D -100°/2mm	E -150°/2mm	F -200°/2mm ²)	G Residue
Proportion	10.5%	8.1%	10.1%	5.2%	12.1%	47.9%	5.1%
	Gasoline 28.7%			Middle oil 66.2%			
Mol. wt.	80	91	117	133	175	259	440
Free alcohols	17.5%	15.2%	18.2%	22.6%	23.8%	14.8%	7.8%
Esterified alcohols	2.3%	3.0%	5.5%	9.1%	14.3%	17.0%	35.0%
Total alcohols	19.8%	18.2%	24.7%	31.7%	38.1%	31.8%	42.8%
Aldehydes + Ketones	14.9%	9.2%	18.9%	9.4%	7.0%	4.7%	94.0%
Free acids	0.7%	6.3%	3.4%	0.5%	0.4%	0.1%	0.9%
Olefins (Hydro. no)	4%	30%	39.6%	35.8%	30.0%	27.5%	
Iodine no. (Hanus)	46%	54%	37%	36%	33.7%	29.7%	44.5%
Oxygen	11.18%	13.6%	10.45%	7.49%	6.52%	4.53%	6.97%

x) The large size of this fraction must be explained by a partial carrying over of the liquid phase. Test was repeated at a later date, Experiment 725.

1957

Experiment No. 725
U-reactor 5
June 28, 1941

Products from Stirred Foam Reactors

Catalyst: Powdered fused catalyst (Leuna) Temp 210 20 atm
Repetition of experiment 720, after 5 weeks operation
Product not pretreated

Fraction	-200°	A -100°/2mm	B -150°/2mm	C -200°/2mm	D >200°/2mm
Proportion Gasoline	46.5%	6.4%	12.9%	20.6%	13.6%
		Miscellaneous oil 39.9%			
Mol. Wt.		151	202	271	600
Free alcohols		16.3%	10.0%	9.0%	13.2%
Esterified alcohols		15.0%	21.0%	18.8%	52%
Total alcohols		31.3%	31.0%	27.8%	65.2%
Free acids		0.5%	0.5%	0.3%	2.7%
Aldehydes + Ketones		7.8%	3.7%	2.0%	48.0%
Olefins (Hydro. no.)		39.0%	27%	15.2%	-
Iodine no. (Hanus)		43.0%	34%	25%	50%
Oxygen		6.52%	5.66%	4.10%	5.75%

195-8

Experiment No. 730
U-Reactor 3
August 4, 1941

Product from Stirred Foam Reactors

Catalyst: powdered fused catalyst Temp. 210° 20 atm

Product deacidified before distillation with 5% KOH, washed 4 times

Function	A -100°	B 100-150°	C 150-200°	D -100°/1mm	E -150°/1mm	F -200°/1mm	G >200°/1mm
Proportion	7.2%	13.7%	14.4%	11.0%	15.0%	25.2%	13.4%
	Gasoline 35.3%			Middle oil 51.2%			
Mol. wt.	84	97	134	158	202	261	635
Free alcohols	8.0%	14.6%	24.0%	21.0%	19.5%	8.8%	-
Esterified alcohols	8.2%	15.3%	27.4%	28.5%	34.1%	25.4%	-
	0.2%	0.7%	3.4%	7.5%	14.6%	16.6%	45%
Aldehydes + ketones	6.0%	6.2%	9.2%	6.8%	5.8%	3.9%	95.0%
Free acids	0.01%	0.03%	0.03%	0.05%	0.03%	0.05%	0.05%
Glycerins (Hydro. no.)	62%	57%	55%	54%	43.5%	32.0%	-
Resins No. (Eman.)	53%	56%	50%	49%	41.3%	30.7%	63%
Oxygen	4.63%	5.72%	6.67%	5.42%	5.05%	2.25%	6.56%

1952
7-96

Experiment No. 731
U-reactor 6
August 14, 1941

Products from Stirred Foam Reactors

Catalyst P₂ (red iron oxide catalyst) Temp 250° 20 atm
Product deacidified with 5% KOH before distillation and washed 4 times.

Fraction	A -100°	B 100-150°	C 150-200°	D -100°/8mm	E -150°/8mm	F -200°/4mm	G >200°/4mm
Proportion	29.6%	5.9%	16.9%	6.1%	10.8%	15.7%	24.2%
	Gasoline 43.4%			Middle oil 32.5%			
Mol. Wt.	81	97	115	140	180	237	445
Free alcohols	3.5%	9.9%	13.0%	12.0%	11.0%	8.2%	5.2%
Esterified alcohols	0.7%	0.8%	1.2%	1.7%	3.0%	6.2%	8.2%
Total alcohols	4.2%	10.7%	14.2%	13.7%	14.0%	14.4%	13.4%
Aldehydes + Ketones	3.6%	2.6%	3.9%	4.1%	3.7%	2.9%	95.0%
Free acids	0.04%	0.5%	1.2%	0.9%	1.4%	0.7%	2.5%
Chlorine (Hydro. no.)	69%	61.5%	60.0%	62.0%	54.5%	55.0%	-
Iodine sp.	70.5%	60.5%	59.0%	63%	56.3%	59.5%	44.0%
Oxygen	3.02%	3.94%	4.01%	2.91%	-	-	-

195
nu 56