

Oberhausen-Holtcn, den 20.3.1942.

Abt. PL Roe/Fu.

095535

Sekretariat o. B.

Eingang: 22.3.42

Lfd. Nr.: 410

Beantw.: _____

Herrn Prof. M a r t i n .

Betr.: Tätigkeitsbericht des Forschungslaboratoriums für den
Monat Februar 1942.

1). Katorchemie (Heckel).

Die systematischen Untersuchungen über die beim RÜsten von Kieselgur verlaufenen Vorgänge haben gezeigt, dass sich die verschiedenen Kieselgurarten recht verschieden verhalten. Einheitliche Richtlinien für die Analyse konnten daher noch nicht gewonnen werden.

Für die Oxo-Synthese wurden trägerlose Kobalt-Thorium-Kontakte hergestellt, welche sich leicht reduzieren lassen und bereits gut bewährt haben. Bei der Herstellung von Eisen-Kontakten war es bis vor kurzem nicht möglich, aktive Kontakte zu erhalten, wenn die Kieselgur nach vollendeter Fällung zugegeben wurde. Es wurde nun gefunden, dass diese, betrieblich angenehmere Arbeitsweise doch zum Erfolg führt, wenn man nach der Kieselgurgabe längere Zeit hindurch kocht.

Versuche über die Erhöhung der Kornfestigkeit von Lux-Masse-Katalysatoren waren erfolgreich (Vorbehandlung mit organischen Säuren, Zusatz von Ziegelton).

2). Mitteldruck-Synthese (Heckel).

Bei der Nacharbeitung einer von der Brabag angegebenen Arbeitsweise über eine Ausbeutesteigerung durch Voroxydation von Katalysatoren konnten die Ergebnisse bisher nicht bestätigt werden.

Ein Zusatz von Permutit zu einem normalen, paraffinbildenden Eisenkatalysator bewirkte eine deutliche Verschiebung der Siedelage zu leichteren Produkten hin; an Stelle von Hartparaffin entstand mehr Weichparaffin. Es wurden bis zu 50% Benzin erhalten.

3). Nass-Synthese (Heckel).

Der ohne vorherige Reduktion in Betrieb genommene Katalysator, bestehend aus einem Gemisch von Lux-Masse und Kupferkarbonat, gab vorwiegend leichte Produkte, hauptsächlich Benzin.

4). Entschwefeln und Methanisieren von Kokereigas (Hanisch).

Der von uns entwickelte neue Kupferkontakt zur Zersetzung der organischen Schwefelverbindungen erwies sich als so wirksam, dass keiner dieser Katalysatoren bisher eine Regeneration nötig hatte. Die längste Betriebsdauer beträgt bisher 2100 Stunden ohne Nachlassen der Aktivität.

Weniger günstig sind die Erfahrungen mit dem zur Methanisierung von Kokereigas nachgeschalteten Nickelkontakt. Hiermit konnten in Laborversuchen und halbtechnisch rund 250 cbm Kokereigas je 1 Nickelkatalysator methanisiert werden. Wurde dagegen zwischen Zersetzungskatalysator und Nickelkontakt eine A-Kohle geschaltet, so stieg der verarbeitete Durchsatz auf über 600 cbm/l Kontakt. Dabei nimmt die A-Kohle aus dem Gas erhebliche Mengen stark riechender Kohlenwasserstoffe heraus, welche rund 2 g Schwefel im Liter enthalten.

5). Oxo-Synthese.

a) Abteilung Fritzsche:

Es wurden hergestellt 320 kg Rohalkohole, sowie für die Durchführung der Propylaldehyd-Synthese 542 kg hydrierte Kohlenwasserstoffe und 500 kg Lösungen von Kobaltkarbonyl.

b) Abteilung Lemke:

Nachdem die Ergebnisse zur Erzeugung von Propylaldehyd mit Kobaltkarbonyl als Katalysatoren keine durchschlagenden Vorteile gegenüber den Arbeiten mit festen Katalysatoren gebracht hatten, wurde zur Anwendung neuer Kobaltkatalysatoren übergegangen, nämlich zu trägerfreien Kobalt-Thorium-Kontakten. Hiermit wurden die günstigsten Versuchsbedingungen ermittelt. Das beste Temperaturgebiet lag zwischen 115 und 125°.

Ein derartiger Kontakt konnte durch Behandeln mit Wasserstoff bei 250° bisher dreimal regeneriert und dabei auf seine alte Leistungsfähigkeit gebracht werden.

Versuche in einem unserer beiden 120 l-Öfen zeigten, dass es ohne weiteres möglich ist, das Äthylen vollständig aufzuarbeiten, ohne dass erschwerende Versuchsbedingungen angewendet werden müssen.

Wird Methanol oder Äthanol als Hilfsflüssigkeit angewendet, so erfolgt auch bei der Verarbeitung von Äthylen Acetalbildung.

c) Abteilung Jacob:

Aus Lösungen von Kobaltkarbonyl in Kohlenwasserstoffen (12-15 g Co/l) wurde durch Abkühlung ^{auf} von ca. -25° festes Kobalttetrakarbonyl (gewonnen (etwa 120 g) zur Verwendung ^{bei} von Oxo-Modellversuchen. Die erreichbare Karbonylkonzentration scheint bei niederen Kohlenwasserstoffen grösser als bei höher molekularen Kohlenwasserstoffen zu sein. In Hexan konnte eine Karbonyllösung mit 23 g Co/l hergestellt werden.

Es wurde gefunden, dass zur Karbonylbildung nicht nur metallisches Kobalt, sondern auch basisches Kobaltkarbonat befähigt ist (in Aufschlämmung z.B. in hydriertem Benzin). Die günstigste Temperatur liegt bei $150 - 170^{\circ}$. Bei höheren Temperaturen tritt Abspaltung von Kohlenoxyd ein bzw. unterbleibt die Bildung des Karbonyls. Bemerkenswert ist, dass aus neutralem Kobaltkarbonat kein Karbonyl erhalten werden konnte.

Basisches Kobaltkarbonat konnte als Katalysator für die Oxo-Synthese benutzt werden, auch ohne vorhergehende Reduktion. Dabei geht das Kobalt zum grössten Teil in Metall über. Die Wassergasaufnahme beginnt bei rund 180° . Später kann die Temperatur gesenkt werden, vermutlich weil inzwischen Kobaltmetall gebildet wurde. Mittels basischem Kobaltkarbonat als Katalysator konnte z.B. C₇-Krackolefin (65% Olefine) quantitativ in C₈-Alkohol übergeführt werden.

d) Abteilung Hansen:

Zahlreiche Analysen von Karbonyllösungen wurden ausgeführt und ergaben, dass unsere gasvolumetrische Methode bei höheren Co-Konzentrationen ausreichend genau ist.

Modellversuche über die Herstellung von Heptylalkohol aus Hexan mit Karbonyl als Katalysator zeigten, dass die Ausbeute nahezu gleich war beim Arbeiten mit Wassergas und beim Arbeiten mit sehr kohlenoxydreichem Gas. Zusatz von kleinen Mengen Wasser dagegen bewirkte eine erhebliche Verzögerung der Reaktion, welche ausserdem auch nicht zu Ende verlief.

e) Abteilung Büchner:

Acetale aus Propylaldehyd und Methanol bzw. Äthanol lassen sich mittels 2%iger Schwefelsäure bei guter Ausbeute leicht wieder spalten.

6). Herstellung von Fettsäuren (Bühner).

Mischfettsäuren aus Mitteldruck-Syntheseprodukt konnten durch Destillation wasserhell erhalten werden, im Gegensatz zu Kracköl-fettsäuren.

7). Herstellung von Alkylnitrat(en) (Hansen).

Es wurden Nitrate verschiedener Alkohole hergestellt und auf ihre Zündwilligkeit im Dieselmotor untersucht. Ferner wurden Nitrate von Isolen und Schmierölkoholen hergestellt.

Rae

Ddr.: Hg.