

Oberhausen-Holten, den 24.10.1940.  
Abt. FL Roe/Vu.-

035563

Herrn Prof. M a r t i n .

Kohlenstoff 1/g.	
Eingang:	24.10.40
U.S. Nr.:	907
Beantw.:	Hg

Betr.: Tätigkeitsbericht für den Monat September 1940.

1.) Katalysator Chemie. (Heckel)

Die Versuche mit Bleicherde als Trägermasse wurden erfolgreich fortgesetzt, u.a. auch in Mischungen mit Kieselgur. Besonders günstig verhielten sich Bleicherde-Kontakte, welche mit Alkalikarbonaten gefällt wurden, auch in Mischung mit Alkalihydroxyd.

Es wurde gefunden, dass man aus Lux-Masse aktivere Eisen-Katalysatoren herstellen kann, wenn man die Lux-Masse vorher in Form einer Aufschlämmung in verdünnter Lauge vermahlt. Sedimentier Versuche zeigten, dass nach 1 stündiger Behandlung in der Kugelmühle die Menge der abschlämmbaren Feinanteile von 30 auf 99% ansteigt.

2.) Kohlenwasserstoff-Synthese. (Schenk)

a. Frühere Versuche mit Bleicherde-Kontakten hatten geringe Ausbeuten gegeben. Derartige Kontaktmassen hatten niedrige pH-Werte z.B. von ca 5, vermutlich herrührend von dem sauren Charakter der Bleicherde. Daher wurden nunmehr Bleicherde-Kontakten angelegt, welche vorher in geeigneter Weise alkalisiert wurden. Diese neuen Bleicherde-Kontakte zeigten besonders hohe Kornfestigkeit und sehr befriedigende Ausbeuten (z.B. 125 g / Nm<sup>3</sup> Nutgas bei 75% H<sub>2</sub>CO-Umsatz). Die Produkte bestanden zu etwa 60% Paraffin, 20% Öl und 20% Benzol. Letzteres hatte eine Oktanzahl von nur 47 (stabilisiert). Die isomerisierenden Eigenschaften der Bleicherde werden also durch die Alkalisierung zerstört. Das Paraffin zeichnete sich durch besondere Reinheit aus.

b. Kupferfreie Eisenkontakte wurden, im Anschluss an die Mitteilungen des KWI mit reinem Kohlenoxyd formiert. Aus der Kohlendioxydbildung ging hervor, dass die Formierung bereits nach einer Stunde beendet war. Derartige Kontakte gaben gute Aktivität aber im Gegensatz zu gleichartigen kupferhaltigen Kontakten vorwiegend leichtere Produkte.

3.) Oxo-Synthese (Landgraf).

Die Destilliereinrichtungen wurden vervollständigt.

Zur Vordestillation der aus der D.V.A. angelieferten Produkte wurde eine 50 kg Blase hergerichtet. Hiermit wurden im Berichtsmonat 500 kg verarbeitet. Die Fertigdestillation dieser vorgeschrittenen Fraktionen wurde in einer 8 m-Kettenkolonne im Vakuum vorgenommen, während die Verarbeitung der Reaktionsprodukte in unserer halbttechnischen Vakuum-Apparatur weiterhin zufriedenstellend durchgeführt werden konnte, zuletzt sogar mit Gemischen mit C-Zahlen über 20.

Die Versuche mit der Hochdruck-Grossapparatur erlitten in der Berichtszeit empfindliche Störungen durch häufige Ausfälle der Gasumlaufpumpen (Membran-Durchschläge).

Ausser Aldehyden und Alkoholen aus Dieselolefinen wurden ein Aldehyd-Gemisch  $C_{20}-C_{24}$  aus Kobalt-Kreislauf-Primärprodukt hergestellt, zur Verarbeitung zu Fettsäuren.

Das für die analytische Überwachung eingerichtete Betriebslabor wurde inzwischen voll in Betrieb genommen. Im Berichtsmonat wurden ausgeführt:

- 468 Engler Siedeanalysen
- 460 Dichtebestimmungen
- ca. 500 Bestimmungen von Brechungszahlen
- 35 Olefinbestimmungen.

#### 4.) Fettsäureherstellung (Büchner).

a. Die Aldehyd-Oxydation liess sich mit dem Gemenge von Rohaldehyd und fester Soda in einem 75 l Esch-Mischer glatt durchführen, ohne besondere Zufuhr von Luft oder Sauerstoff.

Die vorherige Entfernung des Kobalts hat sich als zweckmässig erwiesen.

b. Für die Reinigung der Seifen erwies es sich als vorteilhaft, bei der Extraktion dem Aceton 10 - 25% Tetrachlorkohlenstoff zuzusetzen, da dann die Extraktion vollständiger verläuft.

c. Aus den Rohaldehyden  $C_{20}-C_{24}$  konnten ohne Schwierigkeit auf dem Wege über die Seifen die entsprechenden hochmolekularen Fettsäuren erstmalig gewonnen werden.

d. Es wurde untersucht, in welcher Weise die Oxydation höherer Aldehyde mit Sauerstoff oder Luft bei erhöhtem Druck verläuft (Jacob).

#### 5.) Höher molekulare Produkte (Hansen).

Die Herstellung von hydrierten Aldolkondensaten (Isole) wurde mit grösseren Mengen durchgeführt. Die optimalen Bedingungen wurden festgelegt.

Einige höhere Acetale wurden erstmalig hergestellt, desgl.

die Kaliumsalze von  $C_{16}$  und  $C_{20}$  - 28 - Isol-Sulfonaten. Letztere sind zähe schmierseifenähnliche Massen.

Die direkte Sulfonierung von RB-Hartwachs ergab im günstigsten Falle ein Produkt mit 1,4%  $SO_3H$ .

6.) Dehydratisierung (Fritzsche).

Behandelt man höhere Alkohole am RRo kflusskühler mit Kobalt-Mangan-Kontakt so wird bei steigender Temperatur in einem gewissen Bereich vorwiegend Wasser und bei weiterer Temperatursteigerung Wasserstoff abgespalten. Das Gebiet der Wasserbildung fällt ungefähr zusammen mit dem Temperaturgebiet der Kohlenwasserstoff-Synthese an dem gleichen Katalysator.

Als brauchbar für die Wasserabspaltung aus Alkoholen erwiesen sich ferner Silikagel und Zinkchlorid (letzteres z.B. bei  $200^\circ$ ).

7.) Nass-Synthese (Schenk, Hanisch).

Im vorigen Bericht wurden günstige Ergebnisse von einem Nass-Synthese -Versuch mittels Eisen-Katalysator bei gradem Durchgang des Gases mitgeteilt. Dieser Versuch konnte rund 500 Stunden lang mit gleich günstigen Ergebnissen gefahren werden und mußte dann aus küsseren Gründen abgebrochen werden. Während dieser Zeit hatte sich in der ursprünglich mit reinem Dieselöl angesetzten Aufschlammung der über  $320^\circ$  siedende Paraffinanteil bis auf 50% angereichert.

Der nächste Versuch wurde unter gleichen Bedingungen wie vorher gefahren jedoch mit Rückführung des Synthesegases im Verhältnis 1 : ca 2,5. Unter diesen Bedingungen wurden ausserordentlich günstige Ergebnisse erzielt:

Temperatur rund	$235^\circ$	
Druck	11 - 15 atü	
Kontraktion	50 - 60%	(aus Wassergas!)
CO-Umsatz	70 - 80%	
CO-Verbrauch		
zu $CO_2$	20 - 30%	
zu $CH_4$	2 - 5%	
Verflüssigung	70 - 80%	
Ausbeute	100 - 140 g $CH_4/m^3$	(berechnet)

Nach rund 300 Betriebsstunden (häufige Störungen durch Kompressor-schäden) bestand das Reaktionsprodukt aus:

- $200^\circ$	23%	65% Olefine
200 - $320^\circ$	50%	16% "
320 - 460	10%	
über 460	12%	

*Ree*