

3451 - 30/5.01 - 34

Ölversuchsanlage

O.-Holten, den 25. September 1944.
Cl/Mm.

Herrn Dir. Dr. H a g e m a n n

A) Vorschläge zum Versuchsprogramm:

- 1.) Kreislaufbenzin, insbesondere den Eisentyp, über Tonerde in der Gasphase durch Dehydratation der Alkohole raffinieren.
- 2.) Als Vorreinigung bei Fe-Kreislaufbenzin den Alkoholgehalt durch Waschen mit Wasser bzw. OH^- -OH- und Wasser herabsetzen.
- 3.) Fe-Kreislaufbenzin-Synthese durch kleinschüssigen AlCl_3 in 6 Stufen aufklappen.
- 4.) Proben aus Fe- und Co-Benzin-Versuchsöfen der "Druckversuchsanlage" zu Öl polymerisieren.
- 5.) Wie weit kann man bei Kreislaufbenzin die obere Siedegrenze heben und damit die Einsatzbasis verbreitern, ohne dem Stockpunkt des zu gewinnenden Öles zu schaden?
- 6.) Wichtiger Einblick in den Ablauf der Ölsynthese: Undestilliertes, nicht neutralisiertes Crackbenzin in 6 - 7 Stufen polymerisieren.
- 7.) Wie 6.): Undestilliertes, neutralisiertes Crackbenzin.
- 8.) Wie 7.): neutralisiertes Crackbenzin, Fraktion 60 - 200°.
- 9.) Vergleich: Über kalter Natronlauge neutralisiertes bzw. nicht neutralisiertes Crackbenzin werden in je 10 Synthesen polymerisiert. Einfluß auf Ausbeute und Kontaktbildung.
- 10.) Crackbenzin wird in Gasphase über Tonerde raffiniert, dann als Flüssigkeit neutralisiert, 10 Synthesen.
- 11.) Welche Siedefraktion des Crackbenzins, Breite 30°, ergibt das Öl mit dem besten Stockpunkt?
- 12.) Verbesserung des Stockpunktes, indem man dem Benzin bei der Synthese Benzol zusetzt bzw. $\text{C}_6\text{H}_6 + \text{C}_2\text{H}_4\text{Cl}_2$.
- 13.) Bei der Synthese AlCl_3 ersetzen durch aktiviertes Al-Metall und HCl -Gas ganz oder teilweise.

Page/Image
Missing

- 28.) Chlorierungsversuche mit oberer Schicht zur Gewinnung höchstviscoser Öle fortführen.
- 29.) Wie weit lassen sich dünne Öldestillate bzw. deren Fraktionen durch $AlCl_3$ oder nach Chlorierung in höher viskoses Öl umwandeln?
- 30.) Nach Vorschlag Goethel Kontaktöl zersetzen in Gegenwart von a) Al, b) Al und HCl, c) Al + $AlCl_3$.
- 31.) Crackversuche mit wiederholtem Einsatz desselben Materials fortführen.
- 32.) Stockpunkt eines 7er-Neragöles ($= +20^\circ C$) verbessern.

B) Gefolgschaftsstand am 25. September 1944.

	<u>Männer</u>	<u>Frauen</u>
Deutsche	5 2 Anlernl.	10
Westarbeiter	2	2
Ostarbeiter	1	1
	10	12

betr. Wehrverhältnis der 5 deutschen Männer:

- 1.) Jahrg. 1886: Offz. d. Beurl. Stand., rosa Wehrpaßnot. Muster F
- 2.) " 1887: Landst. IA, bedingt kv.
- 3.) " 1908: E.R. I, kv.
- 4.) " 1907: E.R. II, z. Zt. ungl., zückgest. f. 1. J. 20.7.43
- 5.) " 1902: ausgemustert.

Klar

Oberhausen-Holten, den 10. August 1944
Cl/Se.

Herrn Professor Dr. M a r t i n
Direktor Dr. H a g e m a n n

Betrifft: Monatsbericht Juli 1944.

3689: Das Crackbenzin der Ölanlage hatte lt. Untersuchung der
Monatssammelproben

im Juni OH-Zahl = 0,45
im Juli OH-Zahl = 1,34

3677: In 12 Versuchen wurde ein normales Öl $V_{50} = 14,1^{\circ}E$ bei
 160° bzw. 140° mit Sauerstoff 1 bis 24 Std. gealtert. Alle
Analysenwerte haben, wenn auch unregelmäßig, eine mit der
Dauer steigende Tendenz. Bei den Langversuchen macht sich das
Schäumen der Öle störend bemerkbar. Mit der Zeit geht der
Sauerstoffverbrauch deutlich zurück. Die Veränderungen im Öl
sind wie erwartet bei 160° erheblicher als bei 140° . Der Ver-
brauch an O_2 erweist sich als charakteristische Meßzahl, der
Kühlufteinsatz dagegen nicht.

Synthesen mit Crackbenzin

3776: Einen wichtigen Einblick in den Ablauf der Synthese gibt
ihre Aufteilung in 7 Stufen durch Einsatz kleiner $AlCl_3$ -Mengen,
nach jeweiligem Abdestillieren des Benzins vom gebildeten
Polymerisat. An n-Öl wurden, umgerechnet auf 1% $AlCl_3$, erhal-
ten:

1. Stufe	0,2 % $AlCl_3$	= 4,8 % n-Öl	je 1 % $AlCl_3$	aus 100 Benzol
2. "	0,4 "	= 5,-	"	"
3. "	0,4 "	= 8,8	"	"
4. "	0,4 "	= 10,-	"	"
5. "	0,4 "	= 12,8	"	"
6. "	0,8 "	= 39,-	"	"

Das Öl der 1. Stufe hatte besonders schlechte Zahlen: VP = 2,90
VZ = 3,4, Harzasphalt = 44,5 %. Die V_{50} betrug $107^{\circ}E$ -

Versuche mit Kreislaufbenzin

Die Heißraffination des Benzins wurde nach Fertigstellung eines neuen Ofens, als Ersatz für das bei dem Luftangriff zerstörte Aggregat, fortgesetzt.

3713: Zur Verwendung kam ein Al_2O_3 -Kontakt, der bereits 67 Tage gearbeitet hatte. Das nicht neutralisierte Benzin tropft jedoch jetzt nicht mehr direkt auf die Tonerde, sondern wird gesondert verdampft und zwecks Abscheidung störender Kohle bis 350° überhitzt. Bis jetzt liegen die OH-Zahlen um 0,3.

3822/3823: Zusammen mit 3713 wird in analoger Weise neutralisiertes bzw. nicht neutralisiertes Benzin über frischer Tonerde raffiniert. Zunächst trat Isomerisation ein, die Polhöhe der Öle stieg auf 1,77 bzw. 1,83, sank aber dann wieder auf den normalen Wert um 1,65.

3733: Tonerde, Typ I, bei 700° calciniert, vermag bei einer Belastung $f = 1,5$ und 340° Eisenkontaktbenzin OH-Zahl = 111 nicht mehr vollständig zu raffinieren; die OH-Zahl sank nur bis 10. Nach Drosselung des Durchsatzes auf $f = 0,75$ und Steigerung der Temperatur auf 350° wurden OH-Zahlen von 2 - 3 erreicht. - Kurzzeitige Orientierungsversuche im schräg gestellten, gasbeheizten Kleinofen ergaben (3770, 3780, 3778, 3821):

3770: Die Kohleabscheidungen aus nicht neutralisiertem Co-Kreislaufbenzin auf Glasringen wirken nicht dehydratisierend.

3780: Natronkalk setzt die OH-Zahl von 28,6 nur auf 21 herab.

3778: Der Effekt von A-Kohle läßt bald nach: Die OH-Zahl verschlechtert sich stetig von 3 bis auf 11 und höher.

3821: Die direkte Zuführung des Benzins zur A-Kohle, ohne vorgeschalteten Verdampfer, wirkt sich schädlich aus.

3773: Bei der kalten Raffination des Benzins mittels ZnCl_2 -Lösung wird in einigen Reihen der Einfluß der Konzentration und des HCl-Zusatzes studiert. Es zeigt sich, daß die Zugabe von fester Soda nicht genügt, um restliche Anteile der Alkoholschicht zu entfernen. Die OH-Zahlen fallen niedriger aus, wenn

man das Raffinat außerdem mit getrocknetem Tonsil schüttelt.

3772: Über Tonerde raffiniertes, nicht neutralisiertes Co-Kreislaufbenzin wurde in 6 Parallelversuchen in 2 Stufen polymerisiert. Die Vorsynthese erfolgte mit $n = 0,1\%$ oder $0,2, 0,4, 0,6, 0,8$ oder 1% $AlCl_3$, die Hauptsynthese mit $(4 - n)\%$. Die Öle der I. Stufe zeigen die gleiche Polhöhe und Viskosität der Hauptsynthese, jedoch schlechten Stockpunkt, sehr hohen Harzasphaltgehalt und schlechte VZ.

3774: Ähnliches Bild gibt die analoge Verarbeitung von neutralisiertem Benzin.

3775: Das nicht neutralisierte Co-Benzin wird wie Crackbenzin in Versuch 3776 in 7 Stufen auf Öl verarbeitet. Ergebnis:

1. Stufe	$0,2\%$ $AlCl_3$	=	$7,4\%$ n-Öl	je	1% $AlCl_3$	aus	100	Benzin
2. "	$0,4$	"	=	$6,9$	"	"	"	"
3. "	$0,4$	"	=	$10,2$	"	"	"	"
4. "	$0,4$	"	=	$16,1$	"	"	"	"
5. "	$0,4$	"	=	$27,7$	"	"	"	"
6. "	$0,8$	"	=	$24,3$	"	"	"	"

3685: Die aus Co-Benzin abgetrennte Fraktion C_{13} wird durch Feindestillation aufgeteilt, eingehend analysiert und mit $ZnCl_2$ raffiniert; Synthese ist in Arbeit.

Aus der DVA wurden folgende Benzine, Fraktion $60 - 200^\circ$, polymerisiert:

Nr.	Typ	vorbehandelt	Ölausbeute	V_{50}	VP
3756/2	Co	$ZnCl_2$	$44,-\%$	9,9	1,67
3757	Fe	"	$52,5\%$	14,5	1,65
3758	Co	"	$42,3\%$	10,8	1,64
3759	Fe	"	$55,5\%$	12,8	1,64
3765	Co	"	$42,3\%$	9,5	1,65
3766	Fe	"	$29,6\%$	18,4	1,58
3767	Fe	"	$52,2\%$	15,4	1,67

Sonstige Versuche

3779: Acht dehydrierte Benzine - Rottig ergaben bei der Polymerisation Öle mit einer Polhöhe zwischen 2,04 und 1,59.

Destillationen in der technischen Apparatur:

- 1) Für Kolling aus 1750 l Dieselöl Vorlauf bis 200° abtrennen.
- 2) Für Rottig aus 1000 l Fe-Kreislaufbenzin Fraktion 60 - 200° heraus schneiden.
- 3) Für unsere Raffinationsversuche aus 850 l Co-Kreislaufbenzin Fraktion 60 - 200° heraus schneiden.

Blau

Oberhausen-Holten, den 13. Juli 1944.
Cl/Se.

Herren Professor Dr. M a r t i n
Direktor Dr. H a g e m a n n

Betrifft: Monatsbericht Juni 1944.

Die Versuchstätigkeit fand durch den Luftangriff vom 16/17.6. eine jühe Unterbrechung. Nicht allein am Gebäude, sondern auch an der Laboratoriumseinrichtung, insbesondere der empfindlichen Apparatur, traten Beschädigungen auf, die bis jetzt noch nicht ganz behoben werden konnten. Da Handwerker nicht zur Verfügung standen, wurden die groben Wiederherstellungsarbeiten - Einsetzen von Fenstern, Scheiben, Türen - mit eigenen Kräften improvisiert.

1) Versuche mit Crackbenzinprodukten

3744: Entchlort man Restbenzin in der Gasphase unter 10 atü Druck mit Granosil + Zinkspänen bei 190°, so sinkt der Chlorgehalt von 2500 auf 120.- 150 mg Cl₂/kg. Eine entsprechende Reihe mit Zink allein ist in Vorbereitung.

3676: Bei den Vorversuchen für die Herstellung von 50 l Brightstock Polhöhe unter 1,75 ergab sich folgendes Bild:

	<u>VP</u>	<u>V50</u>	<u>Stoockp.</u>
Crackbenzin nicht geschnitten	1,70	31,8°	-36°
" ohne C ₆	1,66	32,9°	-38°
" ohne C ₆ + C ₇	1,62	24,7°	-36°

2) Versuche mit Kreislaufbenzin

3713: Selbst nach 67 Tagen zeigt Al₂O₃, Typ I, bei 700° kalziniert, ohne Regeneration kein Nachlassen der dehydratisierenden Wirkung: 61. - 67. Tag OH-Zahl = 0,39. Kontakt war braunschwarz; Gesamtleistung 2.5 m³ Benzin je 1 kg Tonerde.

3745/46: Tonerde, bei 400° kalsiniert, wirkte wie folgt:

	Typ I <u>3745</u>	Typ III <u>3746</u>
Produktionstag	20. - 29.	20. - 30.
Temperatur	350°	350°
OH-Zahl Ø	0,36	0,39
Produktionstag	32. - 35.	33. - 36.
Temperatur	340°	340°
OH-Zahl Ø	0,66	1,07

3768: Das nicht neutralisierte Benzin tropfte direkt in den nur mit Glasringen gefüllten, auf 340° erhitzten Reaktionsraum; Dauer 108 Std., OH-Zahl als Mittel von 11 Werten = 2. Die auf dem Glas abgeschiedenen C-haltigen Rückstände hatten also katalytisch gewirkt.

3763/64: Zwei Synthesereihen, mit bzw. ohne Phenthiazin, die mit über Tonerde raffiniertem Benzin angesetzt wurden, zeigen, daß der Synthese eine Neutralisation vorausgehen muß.

3760: Durch Destillation wird ein Öl $V_{50} = 14,7^\circ$ auf fünf verschiedene Viskositätsstufen bis $V_{50} = 26,8^\circ$ eingestellt. Alterung 140° folgt.

3699: (Vgl. Bericht Mai 3696, 3698) $AlCl_3$ -nachbehandeltes, aus Co-Kreislaufbenzin, Fraktion 60 - 200°, hergestelltes Öl hatte bei 330° folgende thermische Stabilität:

	1	2	3	4
$AlCl_3$ zur ob. Schicht	0	0,8 %	1,8 %	3 %
" erhitzen	-	3 h 200°	3 h 200°	3 h 200°
thermische Stabilität 330°				
V_{50} geht zurück auf	79 %	92 %	97 %	94 %

Aus der DVA wurden folgende Benzine, Fr. 60 - 200°, polymerisiert:

Versuchsnr.	Typ	vorbekandelt	Ölausbeute	V_{50}	VP
3754	Co	$ZnCl_2$	41,5 %	8,3	1,63
3755	Fe	"	52,8 %	13,-	1,60
3756/1	Co	nein	39,9 %	16,5	1,67
" 2	Co	$ZnCl_2$	44,- %	folgen	
3757	Fe	"	52,5 %	"	
3759	Fe	"	55,5 %	"	

3) Sonstige Versuche.

3665: Planungsgemisch. Setzt man in einer Syntheseriehe zu 100 Benzin noch 3 % Vakuumdestillat II (150 - 200° 5 mm Hg), so verschiebt sich die n-Ölausbeute praktisch nicht = von 55,2 auf 55,6 %, dagegen nehmen Vak II und Kontaktöl zu.

Im halbertechnischen Maßstab wurden 50 l Brightstock hergestellt, sowie 200 l Synthol für die Sauerstoffabfüllung inhibiert.

Plan

Oberhausen-Holten, den 29. April 1944.
VL-OH Cl/Se.

Herren Professor Dr. Martin.
Direktor Dr. Hagemann

Betrifft: Monatsbericht April 1944.

3658: Ältert man einen normalen, aus Crackbenzin gewonnenen Brightstock $V_{50} = 48^\circ$ im Temperaturbereich 100 bis 150° , so sind die Veränderungen der Analysenwerte wenig verschieden von dem Verhalten eines 20er Öles. Auffallend war das starke Schäumen.

3666: Eine aus Crackbenzin vorgeschchnittene, dann in der 2 m-Säule exakt aufgeteilte Fraktion $80 - 100^\circ$ hat bis 94° nur wenig Vorlauf; es folgen: $93 - 94^\circ$ 10,- % / $94 - 95^\circ$ 58,7 % / $95 - 99^\circ$ 12,5 %, Dichte und Brechungsindex haben bei 95° ein Minimum, bei 100° ein Maximum.

3709: Eine neue mit 0,1 - 0,8 % $AlCl_3$ angesetzte Synthesereihe zeigt: Im 1. Stoß fallen Öle an mit V_{50} bis 171° , VP. = 2,7 - 3,8, Stockpunkt -12 bis $+11^\circ$, viel Harzasphalt und etwas Hartasphalt. Diese schlechten Anteile bleiben also bei zweistufiger Arbeitsweise dem Öl der Hauptsynthese fern.

3702: Weitere Vergleichsversuche über Entchlorung mit a) Zink allein, b) Zink + Tonsil haben noch keinen Abschluß gebracht, da sich die Cl-Bestimmungsmethode als zu ungenau erweist. Die Entchlorung erfolgte im Autoklav, offenen Gefäß oder auch in der Gasphase (Restbenzin).

Versuche mit Kreislaufbenzin: Auch diesen Monat war die Heisraffination von Benzin, Fraktion $60 - 200^\circ$, über Al_2O_3 der Gegenstand umfangreicher Untersuchungen: 3713: Typ I, bei 700° kalzinieren, arbeitet nunmehr ohne Regeneration 42 Tage und hat je 1 kg etwa 1,2 t Benzin raffiniert! Zu beachten bleibt jedoch, daß nach 18 Tagen infolge Abscheidung von Ölkohle der Kontakt umgepackt werden mußte. Günstige Temperatur $350 - 360^\circ$. Typ II (3714) mußte nach 27 1/2 Tagen, Typ III (3715) nach 23 Tagen abgesetzt werden, da OH-Zahlen 1,5 überstiegen. Es bewährt sich das Vorschalten von Quarzstücken. - 3742/43: Bei 1200° kalzinierete Tonerde ist inaktiv und neigt stark zum Zerfallen; Typ III mehr noch als Typ I. Die nächste Reihe ist deswegen mit 400°

Kalsinationstemperatur angesetzt. 3732/34: Bei typ I (700°) wird ein guter Erfolg bestimmt nicht unter 330° erreicht. Die Steigerung der Belastung von $f = 1$ auf 1,5 hat eine auffallend geringe Verschlechterung des Reinigungseffektes zur Folge. Bisherige Mittelwerte der OH-Zahlen:

	$f = 1$	$f = 1,5$	$f = 2$
OH-Zahl	0,35	0,57	1,2

Der Einsatz schmaler Siedestreifen aus Co-Kreislaufbenzin ergab bei der Uleythese:

	<u>09</u>	<u>110</u>
Benzin Siede-KZ.	150	168,9
" SP-Zahl	49 %	46 %
n-01 VP	1,67	1,64
Versuch-Nr.	3659	3660

3729: Ein aus Co-Kreislaufbenzin gewonnenes Polymerisat wurde durch Destillation auf verschiedene Viscositätsstufen gebracht und bei 140° gealtert. Mit Ausnahme des Conradson erfahren bei der Alterung die Analysenzahlen einen stetigen Rückgang. Das Ausgangsbenzin war über Al_2O_3 raffiniert.

Aus der Druckversuchsanlage wurden folgende Benzine, Fraktion 60 - 200°, polymerisiert:

Kobalt

Nr. 3730	Ölausbeute 42,- %	VP = 1,69
" 3735	" 46,3 %	1,61
" 3737	" 34,- %	1,82
" 3739	" 39,2 %	1,66

Eisen

Nr. 3724	Ölausbeute 43,8 %	VP = 1,65
" 3725	" 45,5 %	1,67
" 3731	" 44,3 %	1,65
" 3736	" 46,3 %	1,62
" 3738	" 45,7 %	1,66

Im halbtechnischen Maßstab wurden folgende Destillationen durchgeführt:

3658: 50 l Destillat $V_{50} = 6,4^{\circ}$ aus einem Betriebsöl gleicher Viscosität für Schaub - Prüfstand,

3658: 50 l Brightstock $V_{100} = 6^{\circ}E$ aus dem gleichen Ausgangsöl

3671: Aus einem übersandten Crackbenzin 95 l Rückstand $> 180^{\circ}$ für Dr. Grinne.

gez. Clar

Oberhausen-Holten, den 11. April 1944
VL-OH CL/Se.

Horren Professor Dr. Martin
Direktor Dr. Hagemann

Betrifft: Monatsbericht März 1944.

3689: 2 Proben Crackbenzin - Ölbetrieb zeigten OH-Zahlen 6,3 und 2,6.

3666: Eine aus Crackbenzin vorgeschchnittene Fraktion 80 - 100° = C₇ wurde in der 2 m-Säule in 1° schmale Streifen aufgeteilt; mehr als 60 % erwiesen sich als 1-Hepten, siedend 94 - 95°. Synthesen folgen.

3579: Von 36 gelagerten, mit Phenthiazin und AlCl₃ inhibitierten Ölproben sind nach 4 Monaten 3 durch Gallerten trübe geworden.

3716, 3719: Nach 5-maliger Benutzung zeigt sich bei der Entchlorung der oberen Schicht ein Gemisch von Tonsil + Zink dem Metall allein gegenüber überlegen.

3703: Wesentlich für die Patentanmeldung ist, daß die Stabilisierung von Ölen durch S bzw. S + AlCl₃ noch verbessert wird, wenn außerdem Diphenylamin zugesetzt wird.

3704, 3705: Der analoge Wertunterschied gilt, wenn man S bzw. S + (C₆H₅)₂NH vor der Synthese zusetzt und die obere Schicht 4 Std. auf 180° erhitzt.

Versuche mit Kreislaufbenzin: Der weitaus größte Teil der Arbeit im Berichtsmonat wurde auf die Heißraffination von Co-Kreislaufbenzin Fraktion 60 - 200° mittels Al₂O₃ verwandt; 3 Versuchsreihen ergaben: 1) 3713 - 15 verschiedene Tonerdetypen: Am besten bewährte sich bezgl. Lebensdauer und Wirkung Typ I der Tokaanlage. Er war nach 30 Tagen ohne Regeneration noch vollaktiv. Mit 1 kg Kontakt wurden bis 1. April 870 kg Benzin gut raffiniert. Nach 18 Tagen allerdings mußten die Rohre freigelegt werden, da die Tonerdekörner im 1. Viertel durch gesinterte Ölkohle verstopft waren. 2) 3721 - 23 verschiedene Alkaligehalte: Kontakte mit hohem Na₂O-Gehalt sind zu wenig aktiv. Mit fallendem Na₂O steigt die Ausbeute an n-Öl. Bei 370° setzt Isomerisierung ein. 3) 3726 - 28 verschiedene Kontaktstrecken: Mit fallender Berührungsdauer gehen Ölausbeute und Raffinationseffekt zurück. Typ III der Tokaanlage ist der schwächste. -

Herrn Professor Dr. Martin
Direktor Dr. Hagemann

Betrifft: Monatsbericht-Februar 1944.

3689: Bei fünf Proben Crackbenzin aus Ölbetrieb lagen die OH-Zahlen zwischen 0,67 und 1,77.
3694, 3695, 3697, 3702: Diese Versuchsgruppe beschäftigte sich im Verfolg der Patentanmeldung R 679 mit dem Problem, bei der Entschlerung der oberen Schicht im offenen oder geschlossenen Gefäß die Überlegenheit der Mischung Zink + Eisenmittel gegenüber der bekannten Verwendung von Zink allein nachzuweisen.
3703: In analoger Weise wurden auf Veranlassung des Patentantes Beispiele für das Verfahren ausgearbeitet, synthetische Öle durch Zugabe von Schwefel und $(C_6H_5)_2NE$ zu stabilisieren. Größere Mengen Öldestillat $V_{50} = 8^{\circ}E$ für Getriebeölversuche sind nunmehr fertiggestellt.

Synthesen mit Crackbenzin allein: 3693: Ein normales Benzin lieferte in längerer Synthesereihe bei $25^{\circ}C$ 51,1% n-Bl, $V_{50} = 25,4^{\circ}$. Wird $ZnCl_2$ der Polymerisation zugesetzt, so sinkt die Viscosität auf ca. 20° . - 3692: Wird das Benzin durch $ZnCl_2$ -Lauge vorbehandelt und außerdem etwas Phenthjacin zugefügt, so geht die Ausbeute auf 58%, die V_{50} auf $16,4^{\circ}E$ zurück.
3688, 3690: Die Auswirkungen des mit $FeCl_3$ oder $AlCl_3$ durchgeführten "1. Stoßes" auf die Hauptsynthese werden weiter verfolgt.
3696: Die Nachbehandlung einer Frischen oberen Schicht mit $AlCl_3$ bei 200° soll zeigen, ob zwischen Crackbenzin und Kreislaufbenzin grundsätzliche Unterschiede hinsichtlich der thermischen Stabilisierung der Öle bestehen.

Synthesen mit Kreislaufbenzin allein: 3698, 3699: Je eine Probe Fe- bzw. Co-Kreislaufbenzin diente dem gleichen Zweck wie die zuletzt erwähnte Crackbenzinprobe 3696. - 3691: Bei einem Fe-Kreislaufbenzin konnte die obere Siedegrenze von 200° auf 280° gesteigert werden, ohne daß der Stockpunkt des aus dem Benzin gewonnenen n-Öles nachlehter wurde. Bei der Fraktion 60 - 320° sank er aber von -43° auf $-24^{\circ}C$. - 3692: Es gab ein Öl VP = 1,64 (sehr tief). Die Ofenkontrolle der Druckversuchsanlage ergab: 1) 3700 Eisen VP = 1,80 2) 3701 Kobalt VP = 1,63.

3713 - 3715: Drei verschiedene, von Spiske hergestellte und bei 700° calcinierte Tonerdeproben zeigten bei 340° (Block) bis jetzt ohne Unterschied eine gute Eignung für die Vorreinigung von Benzin (= Entfernung der Alkohole durch Dehydratation). Der Einfluß von restlichem Alkaligehalt im Katalysator wird gleichzeitig studiert. Nur hohe Na_2O -Gehalte scheinen zu stören.

Synthesen aus Planungsgemisch: Der Vergleich der nachfolgenden Reihen A 10 Synthesen zeigt den günstigen Einfluß von großen $AlCl_3$ -Mengen (5%) und weitgehender Reinigung des Ausgangsbenzins auf die Ölgewinnung:

Oberhausen-Holteln, den 11. April 1944
VL-OH GL/Se.

Herren Professor Dr. M a r t i n
Direktor Dr. H a g e m a n n.

Betrifft: Monatsbericht März 1944.

3689: 2 Proben Crackbenzin - Ölbetrieb zeigten OH-Zahlen 6,3 und 2,6.

3666: Eine aus Crackbenzin vorgeschchnittene Fraktion 80 - 100° = C₇ wurde in der 2 m-Säule in 1° schmale Streifen aufgeteilt; mehr als 60 % erwiesen sich als 1-Hepten, siedend 94 - 95°. Synthesen folgen.

3579: Von 36 gelagerten, mit Phenthiazin und AlCl₃ inhibitierten Ölproben sind nach 4 Monaten 3 durch Gallerten trübe geworden.

3716, 3719: Nach 5-maliger Benutzung zeigt sich bei der Entchlorung der oberen Schicht ein Gemisch von Tonsil + Zink dem Metall allein gegenüber überlegen.

3703: Wesentlich für die Patentanmeldung ist, daß die Stabilisierung von Ölen durch S bzw. S + AlCl₃ noch verbessert wird, wenn außerdem Diphenylamin zugesetzt wird.

3704, 3705: Der analoge Wertunterschied gilt, wenn man S bzw. S + (C₆H₅)₂NH vor der Synthese zusetzt und die obere Schicht 4 Std. auf 180° erhitzt.

Versuche mit Kreislaufbenzin: Der weitaus größte Teil der Arbeit im Berichtsmonat wurde auf die Heißraffination von Co-Kreislaufbenzin-Fraktion 60 - 200° mittels Al₂O₃ verwandt; 3 Versuchsreihen ergaben: 1) 3713 - 15 verschiedene Tonerdetypen: Am besten bewährte sich bezgl. Lebensdauer und Wirkung Typ-I der Tokaanlage. Er war nach 30 Tagen ohne Regeneration noch vollaktiv. Mit 1 kg Kontakt wurden bis 1. April 870 kg Benzin gut raffiniert. Nach 18 Tagen allerdings mußten die Rohre freigelegt werden, da die Tonerdekörner im 1. Viertel durch gesinterte Ölkohle verstopft waren. 2) 3721 - 23 verschiedene Alkaligehalte: Kontakte mit hohem Na₂O-Gehalt sind zu wenig aktiv. Mit fallendem Na₂O steigt die Ausbeute an n-Öl. Bei 370° setzt Isomerisierung ein. 3) 3726 - 28 verschiedene Kontaktstrecken: Mit fallender Berührungsdauer gehen Ölausbeute und Raffinationseffekt zurück. Typ III der Tokaanlage ist der schwächste. -

3708, 3720: Die eingesetzten Benzine werden untersucht und ohne Vorbehandlung polymerisiert.

3729: Die erhaltenen Öle werden zum Studium der Alterungserscheinungen in 6 Stufen auf verschiedene Viskosität abdestilliert.

3699: Zum Vergleich des Crackbenzinöles mit dem Kreislaufbenzinöl wurde der letztere Typ in Form der oberen Schicht mit verschiedenen Mengen $AlCl_3$ bei 200° nachbehandelt.

Die Ofenkontrolle der Druckversuchsanlage ergab: Kobalt 3706 VP = 1,68 3708 VP = 1,63 / Eisen 3707 VP = 1,70 3712 VP = 1,71 3718 VP = 1,75.

Die Synthesen mit schmalen Siedestreifen, O_9 , O_{10} ... aus Kreislaufbenzin wurden in Reihenform fortgesetzt.

Blaw

Herrn Professor Dr. Martin

Direktor Dr. Hagemann

Betrifft: Monatsbericht Februar 1944.

3689: Bei fünf Proben Crackbenzin aus Ölbetrieb lagen die OH-Zahlen zwischen 0,67 und 1,77.

3694, 3695, 3697, 3702: Diese Versuchsgruppe beschäftigte sich im Verfolg der Patentanmeldung H 679 mit dem Problem, bei der Entchlorung der oberen Schicht im offenen oder geschlossenen Gefäß die Überlegenheit der Mischung Zink + Eisenmittel gegenüber der bekannten Verwendung von Zink allein nachzuweisen.

3703: In analoger Weise wurden auf Veranlassung des Patentamtes Beispiele für das Verfahren ausgearbeitet, synthetische Ole durch Zugabe von Schwefel und $(C_6H_5)_2NH$ zu stabilisieren. Größere Mengen Oldutilität $V_{50} = 9^{\circ}E$ für Getriebeölversuche sind nunmehr fertiggestellt.

Synthesen mit Crackbenzin allein: 3693: Ein normales Benzin lieierte in längerer Synthesereihe bei $25^{\circ}C$ 61,1% n-Bl, $V_{50} = 25,4^{\circ}$. Wird $ZnCl_2$ der Polymerisation zugesetzt, so sinkt die Viscosität auf ca. 20° . - 3692: Wird das Benzin durch $ZnCl_2$ -Lauge vorbehandelt und außerdem etwas Phosphorin zugesetzt, so geht die Ausbeute auf 58% die V_{50} auf $16,4^{\circ}$ zurück.

3688, 3690: Die Auswirkungen des mit $FeCl_3$ oder $AlCl_3$ durchgeführten „1. Stoßes“ auf die Hauptsynthese werden weiter verfolgt. 3696: Die Nachbehandlung einer frischen oberen Schicht mit $AlCl_3$ bei 200° soll zeigen, ob zwischen Crackbenzin und Kreislaufbenzin grundsätzliche Unterschiede hinsichtlich der thermischen Stabilisierung der Ole bestehen.

Synthesen mit Kreislaufbenzin allein: 3698, 3699: Je eine Probe Fe- bzw. Co-Kreislaufbenzin diente dem gleichen Zweck wie die zuletzt erwähnte Crackbenzinprobe 3696. - 3691: Bei einem Fe-Kreislaufbenzin konnte die obere Siedegrenze von 200° auf 280° gesteigert werden, ohne das der Stockpunkt des aus den Benzinen gewonnenen n-Oles schlechter wurde. Bei der Fraktion $60 - 320^{\circ}$ sank er aber von -43° auf $-24^{\circ}C$. - 3692: Cg gab ein Öl VP = 1,64 (sehr tief!). Die Ofenkontrolle der Druckversuchsanlage ergab: 1) 3700 Eisen VP = 1,80 2) 3701 Kobalt VP = 1,63.

3713 - 3719: Drei verschiedene, von Spilke hergestellte und bei 700° calcinierte Tonerdeproben zeigten bei 340° (Block) bis jetzt ohne Unterschied eine gute Eignung für die Vorreinigung von Benzin (= Entfernung der Alkohole durch Dehydratation). Der Einfluß von restlichem Alkaligehalt im Katalysator wird gleichzeitig studiert. Nur hohe Na_2O -Gehalte scheinen zu stören.

Synthesen aus Planungsgemisch: Der Vergleich der nachfolgenden Reihen A 10 Synthesen zeigt den günstigen Einfluß von großen $AlCl_3$ -Mengen (5%) und weitgehender Reinigung des Ausgangsbenzins auf die Ölgewinnung:

3653 mit $ZnCl_2$ gereinigt, OH-Zahl = 3,9; Ausbeute 50,2% V_{50} 20,7°
3656 $ZnCl_2$, dann destilliert " 2,4 " 49,8% V_{50} 25,9°
3655 $ZnCl_2$, dann Mg + 0,5% $AlCl_3$ als 1. Stoß, OH-Zahl = 0, Ausbeute
51,6%; V_{50} = 27,4 / 3654 $ZnCl_2$, dann Na, OH-Zahl = 0, Ausbeute =
50,7%, V_{50} = 30,8% (1). -

Öle für Versuche: Schaub erhielt je 50 l 1) Öldestillat aus Japanöl
2) normales Rückstandsöl aus Betrieb, 3) Destillat aus 2); alle
hatten V_{50} = 6,5°.

Clav