

Reichspatentamt

Patent: 705 528

Patentinhaber:

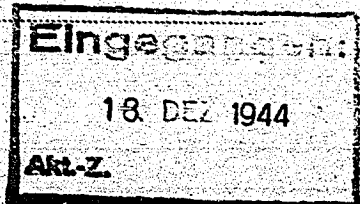
Bei allen Zuschriften und
Zahlungen erforderlich

Reichsbank-Girokonto 1/159
Postscheckkonto 2 Berlin
Bankkonto 20073 bei der Brandenburgischen Provinzialbank
und Girozentrale, Berlin

Ihr Zeichen:

(1) Berlin SW 61, den 15. November 1944
Gitschiner Straße 97-103
Fernsprecher 174821

An Studien- und Verwertungs-
Gesellschaft m. b. H.
in (22) Mülheim-Ruhr



Benachrichtigung gemäss § 11 Abs. 3 u. 5 des Patentgesetzes und der Verordnung
vom 1. September 1939 - RGBl. II Nr. 34 S. 958/9 vom 4. September 1939 -

Die am 10.5.44 fällig gewesene ~~mit Zustellung des Patenterteilungsbeschlusses~~
~~fällig gewordene~~ 7. Jahresgebühr in Höhe von 100. RM ist innerhalb der Zah-
lungsfrist von zwei Monaten nach Fälligkeit nicht entrichtet worden.

Die Gebühr ist nunmehr innerhalb dreier Monate nach Zustellung dieser Nachricht ein-
zuzahlen.

G.D.S.
Einschreiben

Pat. Verw. 22 B (VO). m. Zus.
9.1944.10000

Bei

Bei nicht rechtzeitiger Zahlung des vollen Betrages erlischt das Patent. Gleichzeitig erlöschen etwa zugehörige Zusatzpatente.

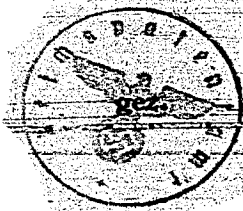
Jedoch kann der Patentinhaber Stundung des angemahnten Betrages beantragen, wenn er durch außergewöhnliche Umstände an der Zahlung gehindert wird.

Dieser Antrag muß innerhalb der obenbenannten Frist von drei Monaten nach Zustellung dieses Bescheides beim Reichspatentamt eingegangen sein.

Eine weitere Nachricht ist nicht zu erwarten.

Patentverwaltungsabteilung

I. A.



Krumm

Regierungsoberinspektor

20.11.1904

**STUDIEN- UND VERWERTUNGS-
GESELLSCHAFT M.B.H.**

Mülheim-Ruhr, den 24. Mai 1944

An das
Reichspatentamt,
Berlin SW 61
Gitschiner Str. 97-103

**Betrifft: Oesterreichisches Patent 153 194
Studien- und Verwertungs-Gesellschaft m.b.H.**

**Wir beantragen die Zusammenschreibung des obigen
Patentes mit dem DRP 672 731.**

ger. F. H. H. H.

9. Nov. 1943

Berlin SW61, den
Giesbener Straße 97-103
Fernsprecher: 17 48 21

8. 11. 43

DRP 705 528

*für Prüfung in Harwardstraße
für Pat. in B. 4*

Zu Ihrer am *6. 11. 43* hier eingegangenen
Zahlung im Betrage von *15,-* RM fehlt auf dem Postab-
schnitt die Angabe, was für eine Gebühr dieser Betrag
darstellt und für welche Sache er bestimmt ist.

~~Bitte~~ *Bitte* macht, diese Angaben auf der angebo-
genen Postkarte nachzuholen. Die **umgehende** Beantwortung
dieser Anfrage ist zwecks richtiger Verbuchung und zur
Verhinderung etwaiger Rechtsnachteile **dringend** erforderlich.
Auf die Einzahlung kann zunächst nichts veranlaßt werden.

Hinweise auf eingereichte Schreiben sind unzureichend,
weil diese nicht immer zu gleicher Zeit mit dem Gelde bei
der Amtskasse eintreffen.

Es wird erfaßt, in Zukunft **unmittelbar auf dem Postab-**
schnitt den Verwendungszweck der Gebühr (in Form der um-
kehrend zu beantwortenden Fragen) zu vermerken.

Städt. am 30. XI. 43
Ha. 44 Reichspatentamt, Amtskasse *Kaig*
1.1941.5000

Postkarte



Gebührenpflichtige Dienstfache



Berlin SW 61

Reichsbank-Sirokonto,
Postfachkonto: Nr. 2 Berlin,
Bankkonto: 200 73 bei der Brandenburgischen Provinzialbank
und Girozentrale, Berlin.

*Ku
an Johann Jakob
Silius*

*München - Post
Konto Offen 107*

**STUDIEN- UND VERWERTUNGS-
GESELLSCHAFT M.B.H.
MOLHEIM - RUHR
KAISER - WILHELM - PLATZ 2**

2. November 1943

An das

Reichspatentamt

Berlin SW 61.

Gitschinerstr. 97 - 103

Betr.: Patent 705 528.

Wir überwiesen heute durch die hiesige Dresdner Bank
der Kasse des Reichspatentamtes auf Postscheck-Konto 2 Berlin
einen Betrag von RM 75.-- als 6. Jahresgebühr für das oben
näher bezeichnete Patent.

Eingegangen:
1. OKT. 1943
DM

Reichspatentamt

1. OKT. 1943

Berlin SW 61, den 27. September 1943
Gitschiner Straße 97-103
Fernsprecher 174821

Patent: 705 528

Akt.-Z.

Patentinhaber:

Brief- und Verwertungsgesellschaft m.b.H.
Straßen- und Verwertungsgesellschaft m.b.H.

Bei allen Zuschriften und Zahlungen erforderlich

Reichsbank-Girokonto 1/159
Postcheckkonto 2 Berlin
Bankkonto 20073 bei der Brandenburgischen Provinzialbank und Girozentrale, Berlin

*Fabrik muss be-
reitet werden.*
in Mülheim-Ruhr

Ihr Zeichen:

DM 2/2 43

Benachrichtigung gemäss § 11 Abs. 3 u. 5 des Patentgesetzes und der Verordnung vom 1. September 1939 - RGBl. II Nr. 34 S. 958/9 vom 4. September 1939 -

Die 6. Jahresgebühr in Höhe von 75.-- RM ist innerhalb der Zahlungsfrist von zwei Monaten nach Fälligkeit nicht entrichtet worden.

Die Gebühr ist nunmehr innerhalb dreier Monate nach Zustellung dieser Nachricht einzuzahlen.

Bei nicht rechtzeitiger Zahlung des vollen Betrages erlischt das Patent. Gleichzeitig erlöschen etwa zugehörige Zusatzpatente.

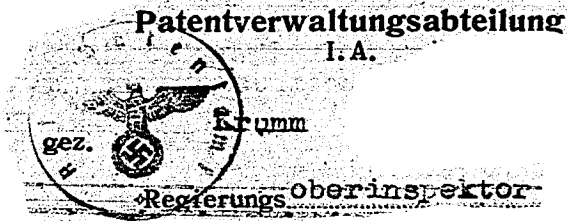
G.D.S.
Einschreiben
Pat. Verw. 22 B (VO). m. Zus.
5. 1943. 20000

Jedoch

Jedoch kann der Patentinhaber **Stundung** des angemahnten Betrages beantragen, wenn er durch außergewöhnliche Umstände an der Zahlung gehindert wird.

Dieser Antrag muß innerhalb der obengenannten Frist von drei Monaten nach Zustellung dieses Bescheides beim Reichspatentamt eingegangen sein.

Eine weitere Nachricht ist nicht zu erwarten.



28.9.17

Deutsches Reich

Urkunde
über die Erteilung des Patents

705 528

Für die in der angefügten Patentschrift dargestellte Erfindung ist in dem gesetzlich vorgeschriebenen Verfahren

der Studien- und Verwertungs-Gesellschaft m.b.H. in
Mülheim, Ruhr

ein Patent erteilt worden, das in der Rolle die oben angegebene Nummer erhalten hat.

Das Patent führt die Bezeichnung

Verfahren zur Herstellung von festen aliphatischen Kohlenwasserstoffen

und hat angefangen am 10. Mai 1938.

Reichspatentamt

Die Patentgebühr wird in jedem Jahre fällig am 10. Mai.


 REICHSPATENTAMT
 PATENTSCHRIFT

№ 705 528

 KLASSE 12^o GRUPPE I^o₃

 St 57429 IVd/12^o

Dr. Franz Fischer und Dr. Helmut Pichler in Mülheim, Ruhr,


sind als Erfinder genannt worden.

Studien- und Verwertungs-Gesellschaft m. b. H. in Mülheim, Ruhr
Verfahren zur Herstellung von festen aliphatischen Kohlenwasserstoffen

Patentiert im Deutschen Reich vom 10. Mai 1938 an

Patenterteilung bekanntgemacht am 27. März 1941

Es ist bekannt, daß man bei Temperaturen
 von 300 bis 400° und bei Drucken um
 100 at mit Hilfe von Katalysatoren aus Ge-
 mischen von Kohlenoxyd und Wasserstoff
 5 höhere Kohlenwasserstoffe und sauerstoff-
 haltige Kohlenwasserstoffderivate herstellen
 kann. Hierfür sind als Katalysatoren Cer,
 Chrom, Kobalt, Mangan, Molybdän, Osmium,
 Palladium, Titan und Zink bzw. deren Oxyde
 10 oder sonstige Verbindungen vorgeschlagen
 worden. Über die Art der erhaltenen Koh-
 lenwasserstoffe wurde u. a. ausgeführt, daß sie
 in der Hauptsache unter 200° bzw. unter
 250° sieden und daß man durch besondere
 15 Reinigungsverfahren ein Produkt gewinnen
 kann, das erdölartigen Charakter hat. Es
 war auch bekannt, daß man feste Paraffine
 erhält, wenn man die Synthese an Kata-
 lysatoren der Eisengruppe bei Temperaturen
 20 unterhalb 300° unter erhöhtem Druck durch-
 führt.

Weiterhin ist bekannt (Brennstoff-Chemie 6
 [1925], S. 268 bis 271), daß an Ruthenium-
 kontakten bei gewöhnlichem Druck und bei

25 Temperaturen von 300 bis 400° neben Methan
 geringe Mengen (0,2 bis 0,6%) an unge-
 sättigten Kohlenwasserstoffen erhalten wer-
 den können. Es ist ferner bekannt (Brenn-
 stoff-Chemie 16 [1935], S. 466 bis 469), daß
 Kohlenoxyd und Kohlendioxyd in Gegenwart
 30 von Rutheniumkontakt bereits bei Tempe-
 raturen von etwa 150° an nicht nur zu gas-
 förmigen, sondern auch zu flüssigen und
 paraffinartigen Kohlenwasserstoffen reduziert
 werden können. 35

Es wurde nun gefunden, daß man beson-
 ders hohe Ausbeuten an festen aliphatischen
 Kohlenwasserstoffen von Paraffincharakter
 und auch besonders hochschmelzende feste
 Kohlenwasserstoffe erhalten kann, wenn man
 40 bei Temperaturen unterhalb 300°, z. B. bei
 200°, mit einem Rutheniumkontakt arbeitet
 und dabei im Gegensatz zu der zuletzt ge-
 nannten Veröffentlichung, in der schon
 niedrige Temperaturen angegeben sind, bei
 45 erhöhten Drucken, beispielsweise 20, 50,
 100 at und darüber, arbeitet. Das Arbeiten
 bei niedrigen Temperaturen, aber erhöhtem

Druck, mit Rutheniumkontakten gestattet nicht nur die Herstellung von festen Paraffinkohlenwasserstoffen, sondern es liefert auch besonders gute Ausbeuten und ist, was nicht weniger wichtig ist, mit einer besonders wertvollen technischen Wirkung verbunden; diese besteht darin, daß, im Gegensatz zum Verhalten aller anderen Katalysatoren gegenüber Kohlenoxyd-Wasserstoff-Gemischen, unter den angegebenen Bedingungen der Rutheniumkontakt eine unbegrenzt gleichbleibende Aktivität zeigt. Von Monat zu Monat bleiben bei konstantem Gasdurchsatz, und zwar ohne daß eine Erhöhung der Temperatur, geschweige denn eine Regeneration oder auch nur eine Wiederbelebung des Kontaktes notwendig wäre, die Ausbeuten gleich gut. Bei Dauerbetrieb von über einem halben Jahr ist bisher kein Nachlassen beobachtet worden.

Ausführungsbeispiel

Zur Herstellung des Kontaktes wird metallisches Ruthenium durch Schmelzen mit Ätzkali und Kaliumnitrat in Kaliumruthenat übergeführt. Dieses wird in Wasser gelöst und in der Siedehitze mit Methylalkohol versetzt. Es fällt Rutheniumdioxid aus, das filtriert, gewaschen und getrocknet wird.

Der frisch hergestellte Kontakt wird zunächst reduziert, beispielsweise mit dem Synthesegas ($\text{CO}:\text{H}_2=1:2$) bei Atmosphärendruck und einer Temperatur von etwa 150° . Hierauf wird bei einer Temperatur von 195° und einem Druck von 100 at 11 Kohlenoxyd-Wasserstoff-Gemisch je Gramm Ruthenium und Stunde über den Kontakt geleitet. Es entstehen je Kubikmeter Gas 150 bis 160 g Kohlenwasserstoffe von denen zwei Drittel aus festem, ölfreiem Paraffin, der Rest aus flüssigen Kohlenwasserstoffen besteht. Die Lebensdauer des Kontaktes ist praktisch unbegrenzt. Das Gesamtparaffin ist schneeweiß und schmilzt klar bei 118 bis 120° . Durch Behandeln mit Lösungsmitteln lassen sich aus diesem größere Mengen an besonders wertvollen, bis über 130° schmelzenden Paraffinen isolieren.

Man kann den Rutheniumkontakt selbstverständlich nach den verschiedensten Methoden herstellen. Notwendig ist, daß er in einer Form verwendet wird, in welcher er den Umsetzungen eine große Oberfläche bietet. Es können auch verschiedenste Stoffe (z. B. Alkalien) oder Auflockerungsmittel (z. B. Kieselgur) dem Ruthenium zugesetzt werden.

Die Drucke und Temperaturen können zwischen verhältnismäßig weiten Grenzen liegen. Werden jedoch Drucke angewandt, die in der Nähe des Atmosphärendruckes liegen und bzw. oder Temperaturen von 300° und darüber, dann verläuft die Reaktion in ungewünschter Richtung, nämlich unter vornehmlicher Bildung gasförmiger Produkte. Arbeitet man bei Drucken oberhalb 30 at bei einer möglichst niedrigen Temperatur, bei der gerade noch befriedigender Umsatz des Kohlenoxyds erreicht wird, z. B. 170 bis 200° , dann erhält man gute Ausbeuten an besonders wertvollen, hochschmelzenden Paraffinen, wie sie weder von der Natur geliefert werden noch bisher künstlich hergestellt werden konnten.

Der Gasdurchsatz ist nach oben begrenzt durch das Wärmeableitungsvermögen des Reaktionsapparates, da der Kontakt in der Lage ist, auch größere Gasmengen als die im Beispiel genannten von 11 je Gramm Ruthenium und Stunde umzusetzen.

Als Synthesegas wurde im Beispiel ein Kohlenoxyd-Wasserstoff-Gemisch gewählt im Verhältnis 1:2. Es können aber auch wasserstoffreichere oder kohlenoxydreichere Gase Verwendung finden.

PATENTANSPRUCH:

Verfahren zur Herstellung von festen aliphatischen Kohlenwasserstoffen aus Wasserstoff und Oxyden des Kohlenstoffs bei Temperaturen unter 300° , insbesondere zwischen 150 und 280° , und bei erhöhtem Druck, insbesondere oberhalb 30 at, dadurch gekennzeichnet, daß Rutheniumkontakt oder rutheniumhaltige Kontakte verwendet werden.

Ruhrchemie - Aktiengesellschaft

Oberhausen-Holten

Drahtwort: Ruhrchemie Oberhausen-Holten
Schlüssel: Rudolf Moosa Code

Reichsbank-Girokonto Nr. 82 Oberh. Starstraße

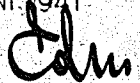
Postcheckkonto:
Essen Nr. 20623

Fernruf: Amt Oberhausen-Rhld. 611 61
Orts- u. Bezirksverkehr 602 44
Fernverkehr 602 44

Eingegangen:

10. JUNI 1941

Akt.-Z.



An die

STUDIEN- UND VERWERTUNGS-
GESELLSCHAFT M.B.H.,

M ü l h e i m - Ruhr.

Kaiser Wilhelm-Institut

Ihr Zeichen
L./He.

Ihr Schreiben vom
21.5.41.

Unser Zeichen
Abt. J.-Ro./Be.

den 9. Juni 1941.

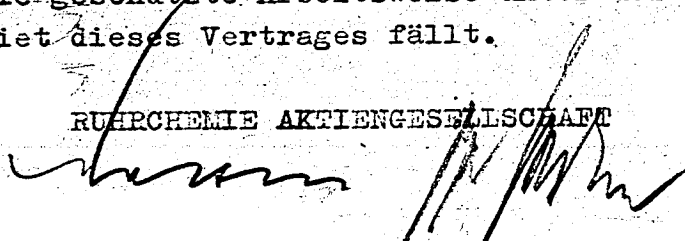
Zeichen und Betreff
bitte in der Antwort wiederholen.

Betrifft: Vertrag vom 27. Oktober 1934.

Auf Ihre Anfrage vom 21. Mai 1941 teilen wir Ihnen folgendes mit:

Wir glauben aus der Fassung des Anspruches des Patentes 705 528 entnehmen zu können, dass die Verwendung der Ruthenium-Kontakte sowohl in einer Kohlenwasserstoff-Synthese "ohne Druck bzw. bei Unterdruck oder geringem Überdruck" als auch in Synthesen mit darüber liegenden Drucken möglich ist. Das Schutzrecht gehört daher insoweit zu dem obigen Vertrag, als die geschützte Arbeitsweise unter das sachliche Vertragsgebiet dieses Vertrages fällt.

RUHRCHEMIE AKTIENGESELLSCHAFT



21 Mai 1941

L./He.

An
die Ruhrchemie Akt.-Ges.
O b e r h a u s e n - H o l t e n .

Betr.: Vertrag vom 27. Oktober 1934.

In der Anlage übersenden wir Ihnen die Druckschrift
eines uns vor einigen Wochen erteilten deutschen Patentes
Nr. 705 528. Wir bitten um Äußerung, ob dieses Schutzrecht
nach Ihrer Ansicht zu dem Gebiet des zwischen Ihnen und uns
bestehenden Vertrages vom 27. Oktober 1934 gehört.

Heil Hitler!

1 Anlage.

Reichspatentamt

Berlin SW61, den 11. März 1941
Göschner Straße 97-103
Telefon: 17 48 21

Markenzeichen: St 57 429 IVa/12 o

Geschäftsnummer P.N.: 253 081

In Studien- und Verwertungs-
Gesellschaft m.b.H.

Vorstehende Angaben sind bei allen Eingaben
und Zahlungen erforderlich.

Eingegangen: 11.3.1941

in Mülheim - Ruhr

Reichsbank-Girokonto, 1/159 Akt-Z
Postkassenkonto: Nr. 2 Berlin,
Bankkonto: 20073 bei der Brandenburgischen Provinzialbank
und Girozentrale, Berlin.

Ihr Zeichen:

B e s c h l u ß

Auf die Anmeldung der Studien- und Verwertungs-Gesellschaft
m.b.H. in Mülheim-Ruhr

wird ein vom 10. Mai 1938

an laufendes Patent unter der

Bezeichnung: " Verfahren zur Herstellung von festen aliphatischen
Kohlenwasserstoffen "

auf Grund der ausgelegten Unterlagen erteilt.

Das Patent führt die Nummer

705528

~~Die Priorität des Erfindungsanspruchs~~

~~xxxx~~

~~xxxx~~

not.: v. 24.5.41 Prüfungsstelle für Klasse 12.0

Müller

G.D.G.

Zust.-Urk. - ~~Empfänger~~

mit Zahlungsbelehrung

" ~~Bordr. Pat. 10 a~~

" ~~Pat. - Derm. 52~~

Pat. 16 a (U) (neu)

7.1940.15000

Lg.

Anmerkungen zum Patenterteilungsbeschluss

Nach § 11 des Patentgesetzes ist für jedes Patent bei Beginn des dritten und jedes folgenden Jahres der Patentdauer eine Jahresgebühr nach dem Tarif zu entrichten.

Mit der Zustellung des anliegenden Patenterteilungsbeschlusses werden die Gebühren für die Jahre fällig, die vor dem Tage dieser Zustellung angefangen haben. Der Beginn der Patentdauer (Anfangstag des 1. Jahres) ist im Erteilungsbeschluss angegeben. Der Patentinhaber ist hiernach in der Lage, selbst festzustellen, ob und welche Jahresgebühren fällig geworden sind.

Die weiteren Gebühren werden jedesmal am Anfangstag des betreffenden Jahres fällig. Dieser Tag ist auch in der später noch zugehenden Patenturkunde vermerkt.

Bei Zusatzpatenten fallen die Jahresgebühren fort.

Die Patentjahresgebühren sind binnen zwei Monaten nach eingetretener Fälligkeit unter Angabe der Patentnummer und der Bestimmung (Patentjahresgebühr) gebührenfrei an das Reichspatentamt, Amtskasse zu entrichten.

Wird innerhalb der zwei Monate nicht gezahlt, so gibt das Reichspatentamt dem Patentinhaber Nachricht, daß das Patent erlischt, wenn die Gebühr nicht binnen drei Monaten nach Zustellung der Nachricht entrichtet wird.

Die Höhe der einzelnen Jahresgebühren ist aus dem nachstehenden Tarif ersichtlich:

3. Jahresgeb.	30 RM	9. Jahresgeb.	200 RM	15. Jahresgeb.	700 RM
4. "	30 "	10. "	250 "	16. "	800 "
5. "	50 "	11. "	325 "	17. "	900 "
6. "	75 "	12. "	400 "	18. "	1000 "
7. "	100 "	13. "	500 "		
8. "	150 "	14. "	600 "		

Sobald die Patentschrift gedruckt vorliegt, wird eine Urkunde über das Patent übersandt werden.

Wird die Lieferung von Patentschriften gewünscht, so empfiehlt sich sofortige Bestellung (unter Angabe der Zahl der benötigten Stücke), damit danach die Höhe der Auflage bei Erteilung des amtlichen Druckauftrages bemessen werden kann. Beizt die Bestellung nicht innerhalb der nächsten zehn Tage ein, so entsteht die Gefahr, daß die gewünschte Menge nicht geliefert werden kann, weil der Vorrat nicht ausreicht.

Der Preis der einzelnen Patentschrift beträgt 0,90 RM, beim Bezuge von mindestens 20 Stück einer Nummer 0,45 RM.

Auszug aus dem Patentgesetz vom 5. Mai 1936.

§ 11 Absatz 7

Wenn der Anmelder oder Patentinhaber seine Bedürftigkeit nachweist, können ihm die Gebühren für die Bekanntmachung und für das dritte bis sechste Jahr bis zum Beginn des siebenten gestundet und, wenn das Patent innerhalb der ersten sieben Jahre erlischt, erlassen werden.

§ 14 Absatz 1

Erklärt sich der Patentsucher oder der in der Rolle (§ 24) als Patentinhaber Eingetragene dem Reichspatentamt gegenüber schriftlich bereit, jedermann die Benutzung der Erfindung gegen angemessene Vergütung zu gestatten, so ermäßigen sich die für das Patent nach Eingang der Erklärung fällig werdenden Jahresgebühren auf die Hälfte des im Tarif bestimmten Betrages. Die Wirkung der Erklärung, die für ein Hauptpatent abgegeben wird, erstreckt sich auf sämtliche Zusatzpatente. Die Erklärung ist unwiderruflich. Sie ist in die Patentrolle einzutragen und einmal im Patentblatt bekanntzumachen.

Reichspatentamt

Berlin SW 61, den
Stiftung Straße 97-103
Telefon: 17 48 21

16. November 1940

Zeichen: St 57 429 IVd/12 o

Anmelder: ./.

Eingegangen:
<i>Th</i>
22. NOV. 1940
Akt.-Z. <i>Edm</i>

Die vorstehende Patentanmeldung wird

am 28 NOV. 1940

im Patentblatt veröffentlicht.

Rückherinn

Prüfungsstelle für Klasse 12 o.
3.2.

Berens
Regierungsinspektor
~~Regierungs~~

Pa 15 a
5.1940.15000

Ju/y
hu

Post ^{an die} THEATER
27. Aufg.

Gebührenpflichtige Dienstfache

Auffangstelle
PLATZ



Berlin SW 11

An

Studien- u. Verwertungs-
Gesellschaft m. b. H.

Mülheim - Ruhr.

Adresszeichen und Name sind bei allen
Eingaben und Zahlungen anzugeben.

Kontostelle: Potsdam, Postfach 100; Nr. 2 Berlin,
Kontostelle: 20073 bei der Brandenburgischen Provinzialbank
und Girozentrale, Berlin.

Kaiser Wilhelm Platz 2.

Reichspatentamt

Berlin SW 61, den 1. Oktober 1940.
Stöckener Straße 97-103.
Fernsprecher: 17 48 21

Patenzzeichen: St 57 429 IVd/12 o

In

Studien- u. Verwertungs-

Anmelder:

Vorstehende Angaben sind bei allen Eingaben
und Zahlungen erforderlich.

Reichspatentamt-Straßenamt,
Postfachkonto: Nr. 2 Berlin,
Bankkonto: 200 73 bei der Brandenburgischen Provinzialbank
und Girozentrale, Berlin.

Eingegangen:

15. OKT. 1940

Akt.-Z.

Gesellschaft m. b. H.

Mülheim - Ruhr

Kaiser Wilhelm-Platz 2,

Ihr Zeichen:

B e s c h l u ß

Die Patentanmeldung der Studien- und Verwertungs-
Gesellschaft m. b. H. in Mülheim-Ruhr ist bekanntzumachen,
und zwar in der Klasse 12 o, Gruppe 1/03 mit der Bezeich-
nung:

"Verfahren zur Herstellung von festen
aliphatischen Kohlenwasserstoffen."

Anmeldetag ist der 9. Mai 1938.

Die Bekanntmachung erfolgt, da ein Antrag auf Aus-
setzung nicht vorliegt, alsbald nach Eingang der Bekannt-
machungsgebühr, siehe Anlage.

Zur Auslegung sind bestimmt:

Erfinderbenennung, eingegangen am 9. Mai 1938,
Beschreibung und 1 Patentanspruch, eingegangen am 18.
April 1940.

Prüfungsstelle für Klasse 12 o.

Dr. Kindermann
Dr. Kindermann.

Ju/4
Vur

G. D. G.

Einschreiben

K3I. Pat. 45
9.1940.50000

Binnen 2 Monaten seit Zustellung dieses Beschlusses ist — ohne Rücksicht auf eine etwa beantragte Aussetzung der Bekanntmachung — die Gebühr für die Bekanntmachung in Höhe von 30 *R.M.* zu zahlen (§ 31 Pat.-Ges.). Wird die Frist veräussert, so tritt der tarifmäßige Zuschlag von 3 *R.M.* hinzu. Vor Zahlung der Gebühr (gegebenenfalls mit dem Zuschlag) ist die Bekanntmachung nicht möglich.

Die Gebühr ist unter Angabe des Aktenzeichens und der Bezeichnung »Bekanntmachungsgebühr« an das Reichspatentamt, Amtskasse, möglichst bargeldlos zu entrichten.



W a r n u n g !

Die amtliche Veröffentlichung einer Patent- oder einer Gebrauchsmusteranmeldung hat regelmäßig zur Folge, daß betriebsame Personen oder Firmen unaufgefordert dem Anmelder ihre Dienste zur Verwertung der Erfindung oder zum Erwerb ausländischer Patente anbieten.

Wer ohne sorgfältige Prüfung der Person und der Sache auf ein derartiges Angebot eingeht, setzt sich der Gefahr aus, in unübersehbare Verbindlichkeiten verstrickt zu werden, und sieht in den seltensten Fällen seine Hoffnung auf Gewinn in Erfüllung gehen. Viele Erfinder sind durch schwindelhafte Vorspiegelungen zu Schaden gekommen und haben hinterher die Urheber ihrer Enttäuschung nicht zur Rechenschaft ziehen können, weil diese es verstanden hatten, ihre Unerfahrenheit oder Leichtgläubigkeit bei dem Geschäftsabschluß geschickt auszunutzen.

Dem Anmelder wird deshalb dringend die Beobachtung der allergrößten Vorsicht empfohlen, wenn ihm nach der Veröffentlichung seiner Anmeldung Angebote der bezeichneten Art zugehen. Das gleiche gilt gegenüber Zeitungsanzeigen, in denen Erfinder und Schutzrechtsinhaber veranlaßt werden, ihre Erfindungen oder Schutzrechte zur Verwertung, besonders im Ausland, anzubieten.

Die Wiedergabe oder Erwähnung dieser meiner Warnung in Angeboten der oben bezeichneten Art oder in Werbeschriften u. dgl. bietet keine Gewähr dafür, daß die ihre Dienste anbietende Person oder Firma nicht selbst zu denjenigen gehört, vor welchen gewarnt wird.

Zur Auskunft über Zuverlässigkeit und Vertrauenswürdigkeit der sich anbietenden Personen oder Firmen ist bei Voreinsendung des Rückportobetrages die

»Zentralstelle zur Bekämpfung der Schwindelfirmen« in Hamburg, Trostbrücke 4, bzw. in Berlin N 65, Hindower Str. 6, bereit.

Der Präsident des Reichspatentamts

24. Oktober 1940

L/Kz

An das
Reichspatentamt
Berlin SW 61
Gitschinerstr. 97 - 103

Betr.: Deutsche Anmeldung St 57 429 IVd/12 o.

Im Besitze Ihres Bekanntmachungs-Beschlusses vom 1. d. Mts.
teilen wir höflich mit, dass wir die Bekanntmachungsgebühr in
Höhe von

RM 30.--
=====

durch die hiesige Filiale der Dresdener Bank auf Ihr Postscheck-
konto Berlin 2 umgehend einzahlen werden.

15. April 1940.

An das
Reichspatentamt,
Gitschiner Straße 97/103,
B e r l i n S W 61.

Betr.: St 57 429 IVa/12o.

Wir bestätigen den Eingang der Verfügung vom
21. März 1940 und erklären uns mit den aus der Anlage
der Verfügung ersichtlichen Änderungen der Anmeldungs-
unterlagen einverstanden. Zwei Reinschriften werden bel-
folgend überreicht.

Anlagen.

Reichspatentamt

Berlin SW 61, den 21. März 1940
Eisacher Straße 97-103
Telefon: 17 48 21

Uffenzzeichen: St 57 429 IVd / 120

Anmelder:

An

die Studien- und Verwertungs-
gesellschaft m.b.H.

Vorstehende Angaben sind bei allen Eingaben
und Zahlungen erforderlich.

Eingegangen:

30. MARZ 1940

Reichsbank-Girokonto,
Postfachkonto: Nr. 2 Berlin,
Bankkonto: 20073 bei der Brandenburgischen Provinzialbank
und Girozentrale, Berlin.

Pat.-Z.

in Milheim-Muhr
Kaiser-Wilhelm-Platz 2

Ihr Zeichen: _____

Auf die Eingabe vom 12. Juni 1939.

Auf Grund der weiteren Prüfung kann die Bekanntmachung der Anmeldung nach § 30 des Patentgesetzes in Aussicht gestellt werden.

Für die auszulegenden Unterlagen wird die aus der Anlage ersichtliche Fassung vorgeschlagen. Mit den Änderungen wolle sich die Anmelderin

binnen e i n e s Monats
einverstanden erklären und zwei Reinschriften der Anlage einreichen.

~~Falls Reinschriften nicht eingereicht werden, wird zur öffentlichen Auslegung das die Änderungen als solche enthaltende Stück benutzt werden, wodurch auch die geänderten Stellen für jedermann erkennbar werden.~~

Kann das Einverständnis nicht ausgesprochen werden, so ist der Widerspruch eingehend zu begründen.

Die Frist beginnt mit der Zustellung.

Prüfungsstelle für Klasse 120.

Dr. Kindermann

Scha/

G. D. G.

Einschreiben

H3I. Pat. 45
2.1940.50000

Verfahren zur Herstellung von festen aliphatischen
Kohlenwasserstoffen.

Es ist bekannt (~~DRP 293 787, 295 202 und~~
~~295 203~~), dass man bei Temperaturen von 300 bis 400 ° C
und bei Drucken um 100 at mit Hilfe von Katalysatoren
aus Gemischen/Kohlenoxyd und Wasserstoff höhere Kohlen-
wasserstoffe und sauerstoffhaltige Verbindungen derselben
herstellen kann. Hierfür sind als Katalysatoren Cer,
Chrom, Kobalt, Mangan, Molybdän, Osmium, Palladium, Titan
und Zink bzw. Oxyde oder sonstige Verbindungen derselben
vorgeschlagen worden. Über die Art der Kohlenwasserstoffe
wird u.a. ausgeführt, dass sie in der Hauptsache unter
200 ° C bzw. unter 250 ° C sieden und dass man durch
besondere Reinigungsverfahren ein Produkt gewinnen kann,
das erdölartigen Charakter hat. Es war auch bekannt, daß man
feste Paraffine erhält, wenn man die Synthese an Katalysatoren
denen vorzugsweise feste Kohlenwasserstoffe gewonnen
der Eisengruppe bei Temperaturen unterhalb 300° unter erhöhtem
Druck durchführt, ist in den erwähnten Patenten nichts an-
gegeben.

Weiterhin ist bekannt (Brennstoff-Chemie 6, 270
(1925)), dass an Rutheniumkontakten bei gewöhnlichem
Druck und bei Temperaturen von 300 bis 400 ° C neben
Methan geringe Mengen (0,2 - 0,6 %) an ungesättigten
Kohlenwasserstoffen erhalten werden können.

(Es ist ferner bekannt (Brennstoff-Chemie 16, (1935)
S. 466-469 (1935)), dass Kohlenoxyd in Gegenwart von Ruthenium-
kontakt, nicht nur zu gasförmigen, sondern auch zu flüssi-
gen Kohlenwasserstoffen reduziert werden kann und bereits
bei Temperaturen von etwa 150 ° C

Es wurde nun gefunden, daß man besonders hohe Ausbeuten an ~~Auf Grund der vorliegenden Erfindung können~~

auch feste aliphatische Kohlenwasserstoffe von Paraffin-
charakter und auch ^{hochwertige Kohlenwasserstoffe} ~~vorwiegend~~ feste Kohlenwasserstoffe

erhalten werden, wenn man ~~im Gegensatz zu den eingangs-~~
~~erwähnten Patentschriften~~ bei Temperaturen unterhalb
300 °, z.B. bei 200 ° C, mit einem Rutheniumkontakt

arbeitet und ~~wenn man~~ ^{ist} im Gegensatz zu der zuletzt ge-
nannten ^{Literaturstelle, in der} ~~Literaturstelle~~, wo schon niedrige Temperaturen

angegeben sind, bei erhöhten Drucken, beispielsweise
20, 50, 100 at und darüber arbeitet. Das Arbeiten bei
niedrigen Temperaturen aber erhöhtem Druck mit Ruthenium-

kontakten gestattet nicht nur die Herstellung von festen
Paraffinkohlenwasserstoffen, sondern es liefert auch
besonders gute Ausbeuten und, ^{was} was nicht weniger wichtig
ist, ^{ein} einen besonders wertvollen technischen Effekt, ^{Wirkung}

^{man} Dieser besteht darin, dass (im Gegensatz zum Verhalten
~~aller anderen Katalysatoren gegenüber Kohlenoxyd-Wasser-~~
~~stoff-Gemischen) unter den angegebenen Bedingungen der~~

Rutheniumkontakt eine unbegrenzt gleichbleibende Aktivi-
tät zeigt. Von Monat zu Monat bleiben bei konstantem
Gasdurchsatz, und zwar ~~in~~ ohne dass eine Erhöhung der

Temperatur ~~notwendig wäre~~, geschweige denn eine Regene-
ration oder auch nur eine Wiederbelebung des Kontaktes, ~~←~~ →
die Ausbeuten gleich gut. Bei Dauerbetrieb von über

einem halben Jahr ist bisher kein Nachlassen beobachtet
worden.

Ausführungsbeispiel.

Zur Herstellung des Kontaktes wird metallisches
Ruthenium durch Schmelzen mit Ätzhäli und Kaliumnitrat
in Kaliumruthenat übergeführt. Dieses wird in Wasser
gelöst und in der Siedehitze mit Methylalkohol versetzt.

Es fällt Rutheniumdioxyd aus, das filtriert, gewaschen und getrocknet wird.

nutzlos
Der frisch hergestellte Kontakt wird zunächst beispielsweise mit dem Synthesegas ($\text{CO} : \text{H}_2 = 1 : 2$) bei Atmosphärendruck und einer Temperatur von etwa 150°C reduziert. Hierauf wird bei einer Temperatur von 195° und einem Druck von 100 at ein Liter Kohlenoxyd-Wasserstoff-Gemisch je Gramm Ruthenium und Stunde über den Kontakt geleitet. Es entstehen je Kubikmeter *eben* Gas 150 - 160 g Kohlenwasserstoffe, von denen zwei Drittel aus festem, ölfreiem Paraffin, der Rest aus flüssigen Kohlenwasserstoffen besteht. Die Lebensdauer des Kontakts ist praktisch unbegrenzt. Das Gesamtparaffin ist schneeweiss und schmilzt klar bei 118 bis 120°C . Durch Behandeln mit Lösungsmitteln lassen sich aus diesem grössere Mengen an besonders wertvollen bis über 130°C schmelzenden Paraffinen isolieren.

Man kann den Rutheniumkontakt selbstverständlich nach den verschiedensten Methoden herstellen. Notwendig ist, dass er in einer Form verwendet wird, in welcher er den Umsetzungen eine grosse Oberfläche bietet. Es können auch verschiedenste Stoffe (^{*z.B.*} Alkalien) oder Auflockerungsmittel (z.B. Kieselgur) dem Ruthenium zugesetzt werden.

Die Drucke und Temperaturen können ^{*gewissen*} in verhältnismässig weiten Grenzen ^{*einigen*} variiert werden. Werden jedoch Drucke angewandt, die in der Nähe des Atmosphärendrucks liegen und/oder Temperaturen von 300°C und darüber, dann verläuft die Reaktion in ungewünschter Richtung, nämlich unter vornehmlicher Bildung gasförmiger Produkte. Arbeitet man bei Drucken oberhalb 30 at

bei einer möglichst niedrigen Temperatur, bei der gerade noch befriedigender Umsatz des Kohlenoxyds erreicht wird, z.B. 170 bis 200 ° C, dann erhält man gute Ausbeuten an besonders wertvollen hochschmelzenden Paraffinen, wie sie weder ^{man tief} die Natur ^{umsetzt} liefert noch bisher künstlich hergestellt werden konnten.

Der Gasdurchsatz ist nach oben begrenzt durch das Wärmeableitungsvermögen des Reaktionsapparates, da der Kontakt in der Lage ist, auch grössere Gasmengen als die im Beispiel genannten von einem Liter je Gramm Ruthenium und Stunde umzusetzen.

Als Synthesegas wurde im Beispiel ein Kohlenoxyd-Wasserstoff-Gemisch gewählt im Verhältnis 1 : 2. Es können aber auch wasserstoffreichere oder kohlenoxydreichere Gase Verwendung finden.

Patentansprüche

1.) Verfahren zur Herstellung von festen aliphatischen Kohlenwasserstoffen aus Wasserstoff und Oxyden des Kohlenstoffs, dadurch gekennzeichnet, dass Rutheniumkontakt oder rutheniumhaltige Kontakte bei Temperaturen unter 300 ° C ^{mit Siedepunkten zwischen 150 und 280°} und bei erhöhtem Druck ^{mit Siedepunkten oberhalb 30 at} Verwendung ^{ab 30 at} finden.

2.) Verfahren nach Anspruch 1.) zur Herstellung von vorwiegend festen Kohlenwasserstoffen, dadurch gekennzeichnet, dass Drucke oberhalb 30 at Verwendung finden.

3.) Verfahren nach Anspruch ^{1.)} und/oder 2.), dadurch gekennzeichnet, dass Temperaturen zwischen 150 und 280 ° C benutzt werden.

Studien- und Verwertungs-G. m. b. H.
in Mülheim-Ruhr.

Prof. Fischer

169
16/11

Studien- und Verwertungs-
Gesellschaft m. b. H.

Mülheim-Ruhr, den 12. Juni 1939.
Kaiser-Wilhelm-Platz 2.

An das
Reichspatentamt,
Gitschinerstr. 97/103,
B e r l i n SW 61.

Betr.: Aktenzeichen St 57 429 IVa/12o.

Auf den Bescheid vom 22. Februar 1939 ist folgendes zu erwidern:

In der Beschreibung der vorliegenden Anmeldung wurde einleitend der Stand unseres Wissens auf Grund des Schrifttums besprochen. Nach Ansicht des Anmelders geht aus diesem Schrifttum hervor, daß vor seiner Anmeldung nichts über die spezifische und bisher einzigartige Wirkung des Rutheniums als Katalysator für die Herstellung höchstmolekularer Paraffinkohlenwasserstoffe bekannt war. Diese Paraffine sind, wie heute allgemein bekannt ist, erst anlässlich unserer Arbeiten mit Rutheniumkatalysatoren entdeckt worden. Diese höchstmolekularen bis etwa 134° schmelzenden Paraffine stellen ein technisch sehr wertvolles Material dar, das in ähnlicher Art oder gar mit ähnlichen Ausbeuten mit anderen Katalysatoren auch bis heute nicht herstellbar ist. Die anderen Platinmetalle sind für die Herstellung von vorwiegend festem Paraffin vollkommen ungeeignet, während Metalle der Eisengruppe für eine Paraffinsynthese andere Bedingungen fordern und auch andere, nämlich zum weitaus größten Teil wesentlich niedriger molekulare Kohlenwasserstoffe bilden.

Es kann deshalb zunächst ganz allgemein festgestellt werden, daß die Wirkung des Rutheniums dem Sachver-

ständigen durchaus neu und überraschend war.

Der Anmelder ist der Meinung, daß diese Tatsache auch durch die entgegengehaltenen Literaturstellen bekräftigt wird.

Brennstoff-Chemie 6, 271 Abs.3 (1925):

Es wird hier festgestellt, daß Ruthenium ein ausgesprochener Methankatalysator ist, an welchem nebenher nur Spuren an ungesättigten Kohlenwasserstoffen entstehen. (Es wurde bei Atmosphärendruck gearbeitet. Paraffin ist nicht entstanden. Die Eignung zur Methanbildung ist kein Anzeichen für ein ähnliches Verhalten in Bezug auf die Bildung von festem Paraffin. Im allgemeinen ist sogar das Gegenteil der Fall, weil die Bildung von Methan und diejenige von mehrgliedrigen Kohlenwasserstoffen verschiedenen Reaktionstypen folgt).

Brennstoff-Chemie 16, 468, linke Spalte (1935):

Auch bei dieser Arbeit wurde bei gewöhnlichem Druck gearbeitet, also außerhalb des Schutzbereiches der vorliegenden Anmeldung. Der Umsatz im Temperaturgebiet, in welchem die Bildung höherer Kohlenwasserstoffe nachgewiesen werden konnte, ist ein außerordentlich schlechter. Wie Seite 468, rechte Spalte, zweiter Absatz angegeben wird, fällt die Kontraktion schon innerhalb von 20 Stunden von 20 auf 5 %. Eine derartige Arbeitsweise hat verständlicherweise keinerlei praktische Bedeutung. Die Ergebnisse sind eher geeignet, andere Bachgenossen, vor allem wenn sie auch technische oder wirtschaftliche Interessen im Auge haben, vor weiteren Versuchen mit Ruthenium abzuhalten. Ist doch im Absatz 3 sogar gesagt, daß zu wenig Reaktionsprodukte entstanden, um auch nur ihre Menge bestimmen zu können. (Im Gegensatz hierzu werden nach dem Verfah-

ren der vorliegenden Anmeldung mit derselben Kontaktmenge je cbm Mischgas mehr als 150 g höhere Kohlenwasserstoffe durch praktisch unbegrenzte Zeit (durch Jahre) gebildet).

Französische Patentschrift 635 950, besonders Seite 2, Abs. 3, Zeilen 39 - 44:

Hier wird gesagt, daß Elemente der 8. Gruppe des periodischen Systems wie Platin, Palladium etc. in Kombination mit Kadmium oder Thallium sich ähnlich verhalten sollen wie Eisen, Nickel oder Kobalt. Ruthenium ist speziell gar nicht erwähnt und schon gar nicht die Tatsache, daß Ruthenium sich grundsätzlich von den anderen Metallen unterscheidet und unter bestimmten Bedingungen von Druck und Temperatur besonders wertvolle feste Paraffinkohlenwasserstoffe liefert.

Brennstoff-Chemie 8, 165-167 (1927):

Die Arbeit behandelt ausschließlich die Synthese von Kohlenwasserstoffen an Eisenkatalysatoren. (Wenn diese Synthese zu denselben Produkten führen würde wie die an Rutheniumkatalysatoren, wenn also die Frage des Katalysators von untergeordneter Bedeutung wäre, dann würde man bestimmt nicht an eine technische Verwertbarkeit des teuren Rutheniums denken. Da aber gerade an Ruthenium höchstmolekulare Kohlenwasserstoffe, und zwar mit besonders großen Ausbeuten und in besonderer Reinheit und von besonderem Wert entstehen, wurde mit dem neu gefundenen Verfahren ein besonderer technischer Effekt erzielt, der von keinem Sachverständigen vorausgeahnt werden konnte).

Wir beantragen eine Bekanntmachung der Anmeldung. Sollten jedoch trotz unserer heutigen Ausführungen vonseiten des Patentamtes noch weitere Aufklärungen gewünscht werden, dann bitten wir evtl. um Anberaumung einer mündlichen Verhandlung.

Studien- und Verwertungs-G. m. b. H.
in Mülheim-Ruhr.

Reichspatentamt

18. März 1939

Berlin SW61, den
Gitschiner Straße 97-103
Fernsprecher: 17 48 21

22. Februar 1939.

Attanzzeichen: St 57 429 IVd/ 12o.

Anmelder:

In
..... Studien- und Verwertungs-

..... Gesellschaft m. b. H.

F
Vorstehende Angaben sind bei allen Eingaben
und Zahlungen erforderlich.

Eingegangen:
18. MRZ 1939
Akt.-Z. *Cam*

in Milheim-Ruhr
Kaiser-Wilhelm-Platz 2.

Reichsbank-Zentrale,
Postfachkonto: Str. 2 Berlin,
Bankkonto: 20073 bei der Brandenburgischen Provinzialbank
und Girozentrale, Berlin.

Ihre Zeichen:

In Sachen der Patentanmeldung, betreffend
" Verfahren zur Herstellung von festen, aliphatischen Kohlen-
wasserstoffen ", eingegangen am 9. M a i 1938.

Nachstehend wird das Ergebnis der in Klasse 12o durchge-
führten Prüfung mit der Aufforderung mitgeteilt, binnen
d r e i M o n a t e n
sich zu äußern.

Wiedie Anmelderin in der Beschreibung (Seite 1) vor-
aussetzt, war die gute Wirkung von Rutheniumkontakten bei
der Reduktion der Oxyde des Kohlenstoffs bereits bekannt.
Dabei war auch erwähnt, daß der Rutheniumkontakt verhältnis-
mäßig unempfindlich gegen hohe Temperaturen und Kontakt-
gifte ist (Brennstoffchemie Band 6, Seite 271, Abs. 3)
und daß an ihm nicht nur gasförmige und flüssige, sondern
auch paraffinartige Kohlenwasserstoffe gebildet werden
(Brennstoffchemie Band 16, Seite 468, linke Spalte).

Die Anwendung von Rutheniumkontakten auch bei der
an sich bekannten Durchführung der Kohlenwasserstoffsynthese
unter erhöhtem Druck stellt danach keine patentfähige
Erfindung mehr dar. Denn es handelt sich nicht um die
Auswahl eines Kontaktes, dessen Anwendung dem Sachver-
ständigen

Ö. D. G.

Einschreiben

Die in diesem Bescheide gesetzte Frist beginnt mit der Zustellung.
Anträge auf Verlängerung dieser Frist können nur bei ausreichen-
der, möglichst durch die Beibringung von Belegen gestützter Begründung
bewilligt werden (s. Bekanntmachung, betr. Gewährung von Fristen im
Patenterteilungsverfahren vom 18. Januar 1935, abgedruckt im Blatt
für Patent-, Muster- und Zeichenwesen 1935, Seite 6).

K3I. Pat. 45. (neu) m. Fr. = Zuf.
11.1938.50000

Sachverständigen fern gelegen hätte, vielmehr gehört das Ruthenium zu der verhältnismäßig kleinen Anzahl der Elemente der 8. Gruppe, die bei der Kohlenwasserstoffsynthese stets im Vordergrund gestanden haben und von denen auch die engere Periode, zu der außer Palladium das Ruthenium gehört, bereits für die Synthese unter hohem Druck erwähnt worden ist (vgl. die französische Patentschrift 635 950, besonders Seite 2, Abs. 3 und Zeilen 39 - 44) .

erhalten den

Daß man bei Temperaturen unter ^{halb} 300°, insbesondere zwischen 150 und 280° arbeiten muß, um hochmolekulare Kohlenwasserstoffe zu erhalten, ist allgemein bekannt, aus den oben genannten Veröffentlichungen auch für Rutheniumkontakte. Eine gute Ausbeute an Paraffinen beim Arbeiten unter erhöhtem Druck ist ebenfalls nicht überraschend (vgl. z. B. Brennstoffchemie , Band 8 (1927) Seiten 165 bis 167) .

Demgegenüber kann die Bekanntmachung der Anmeldung nicht in Aussicht gestellt werden,

Prüfungsstelle für Klasse 12o

Dr. Kindermann.



Ausgefertigt:

Schmidt
Kanzleiangehörige.

vm,
[Signature]

Berlin SW 61, den 2. Juni 1938
Gitschiner Straße 97-103

Zu Ihrer am 1. d. Mts. hier eingegangenen
Zahlung im Betrage von 25,- RM fehlt auf dem Postab-
schnitt die Angabe, was für eine Gebühr dieser Betrag
darstellt und für welche Sache er bestimmt ist.

Sie werden ersucht, diese Angaben auf der angebo-
genen Postkarte nachzuholen. Die umgehende Beantwortung
dieser Anfrage ist zwecks richtiger Verbuchung und zur Ver-
hinderung etwaiger Rechtsnachteile dringend erforderlich.
Auf die Einzahlung kann zunächst nichts veranlaßt werden.

Hinweise auf eingereichte Schreiben sind unzureichend,
weil diese nicht immer zu gleicher Zeit mit dem Gelde bei
der Amtskasse eintreffen.

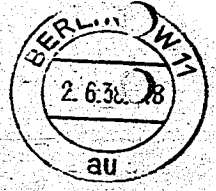
Es wird ersucht, in Zukunft unmittelbar auf dem Postab-
schnitt den Verwendungszweck der Gebühr (in Form der um-
stehend zu beantwortenden Fragen) zu vermerken.

Reichspatentamt, Amtskasse

Ka 44 (neu)
4.1937.3000

Muller, H. J.

Postkarte
23
TAG der
DEUTSCHEN
KUNST
zu manchen vom
3.-10. Juli 1938



Gebührenpflichtige Dienstsache



Studien - in, Vermehrungs - g. m. b. H.

Müller 9 500

Reichsamt-Girokonto, Postsparkonto: Nr. 2 Berlin,
Bankkonto: 2007 bei der Spandauerischen Provinzialbank
und Girozentrale, Berlin.

Verfahren zur Herstellung von festen aliphatischen
Kohlenwasserstoffen.

Es ist bekannt (DRP 293 787, 295^o 202 und 295 203), dass man bei Temperaturen von 300 bis 400 ° C und bei Drucken um 100 at mit Hilfe von Katalysatoren ^{von} aus Gemischen/Kohlenoxyd und Wasserstoff höhere Kohlenwasserstoffe und sauerstoffhaltige Verbindungen derselben herstellen kann. Hierfür sind als Katalysatoren Cer, Chrom, Kobalt, Mangan, Molybdän, Osmium, Palladium, Titan und Zink bzw. Oxyde oder sonstige Verbindungen derselben vorgeschlagen worden. Über die Art der Kohlenwasserstoffe wird u.a. ausgeführt, dass sie in der Hauptsache unter 200 ° C bzw. unter 250 ° C sieden und dass man durch ~~besondere Reinigungsverfahren ein Produkt gewinnen kann,~~ das erdölartigen Charakter hat. Über Bedingungen, unter denen vorzugsweise feste Kohlenwasserstoffe gewonnen werden können, ist in den erwähnten Patenten nichts angegeben.

Weiterhin ist bekannt (Brennstoff-Chemie 6, 270 (1925)), dass an Rutheniumkontakten bei gewöhnlichem Druck und bei Temperaturen von 300 bis 400 ° C neben Methan geringe Mengen (0,2 - 0,6 %) an ungesättigten Kohlenwasserstoffen erhalten werden können.

Es ist ferner bekannt (Brennstoff-Chemie 16, 469 (1935)), dass Kohlenoxyd in Gegenwart von Rutheniumkontakt nicht nur zu gasförmigen, sondern auch zu flüssigen Kohlenwasserstoffen reduziert werden kann und bereits bei Temperaturen von etwa 150 ° C.

Auf Grund der vorliegenden Erfindung können auch feste aliphatische Kohlenwasserstoffe von Paraffincharakter und auch vorwiegend feste Kohlenwasserstoffe erhalten werden, wenn man im Gegensatz zu den eingangs erwähnten Patentschriften bei Temperaturen unterhalb 300 °, z.B. bei 200 ° C, mit einem Rutheniumkontakt arbeitet und wenn man im Gegensatz zu der zuletzt genannten Literaturstelle, wo schon niedrige Temperaturen angegeben sind, bei erhöhten Drucken, beispielsweise 20, 50, 100 at und darüber arbeitet. Das Arbeiten bei niedrigen Temperaturen aber erhöhtem Druck mit Rutheniumkontakten gestattet nicht nur die Herstellung von festen Paraffinkohlenwasserstoffen, sondern es liefert auch besonders gute Ausbeuten und, was nicht weniger wichtig ist, einen besonders wertvollen technischen Effekt. Dieser besteht darin, dass (im Gegensatz zum Verhalten ~~aller anderen Katalysatoren gegenüber Kohlenoxyd-Wasserstoff-Gemischen~~) unter den angegebenen Bedingungen der Rutheniumkontakt eine unbegrenzt gleichbleibende Aktivität zeigt. Von Monat zu Monat bleiben bei konstantem Gasdurchsatz, und zwar ~~im~~ ohne dass eine Erhöhung der Temperatur notwendig wäre, geschweige denn eine Regeneration oder auch nur eine Wiederbelebung des Kontaktes, die Ausbeuten gleich gut. Bei Dauerbetrieb von über einem halben Jahr ist bisher kein Nachlassen beobachtet worden.

Ausführungsbeispiel.

Zur Herstellung des Kontaktes wird metallisches Ruthenium durch Schmelzen mit Ätznatri und Kaliumnitrat in Kaliumruthenat übergeführt. Dieses wird in Wasser gelöst und in der Siedehitze mit Methylalkohol versetzt.

Es fällt Rutheniumdioxyd aus, das filtriert, gewaschen und getrocknet wird.

Der frisch hergestellte Kontakt wird zunächst beispielsweise mit dem Synthesegas ($\text{CO} : \text{H}_2 = 1 : 2$) bei Atmosphärendruck und einer Temperatur von etwa 150°C reduziert. Hierauf wird bei einer Temperatur von 195° und einem Druck von 100 at ein Liter Kohlenoxyd-Wasserstoff-Gemisch je Gramm Ruthenium und Stunde über den Kontakt geleitet. Es entstehen je Kubikmeter Gas 150 - 160 g Kohlenwasserstoffe, von denen zwei Drittel aus festem, ölfreiem Paraffin, der Rest aus flüssigen Kohlenwasserstoffen besteht. Die Lebensdauer des Kontakts ist praktisch unbegrenzt. Das Gesamtparaffin ist schneeweiss und schmilzt klar bei 118 bis 120°C . Durch Behandeln mit Lösungsmitteln lassen sich aus diesem grössere Mengen an besonders wertvollen bis über 130°C schmelzenden Paraffinen isolieren.

Man kann den Rutheniumkontakt selbstverständlich nach den verschiedensten Methoden herstellen. Notwendig ist, dass er in einer Form verwendet wird, in welcher er den Umsetzungen eine grosse Oberfläche bietet. Es können auch verschiedenste Stoffe (Alkalien) oder Auflockerungsmittel (z.B. Kieselgur) dem Ruthenium zugesetzt werden.

Die Drucke und Temperaturen können in verhältnismässig weiten Grenzen variiert werden. Werden jedoch Drucke angewandt, die in der Nähe des Atmosphärendrucks liegen und/oder Temperaturen von 300°C und darüber, dann verläuft die Reaktion in ungewünschter Richtung, nämlich unter vornehmlicher Bildung gasförmiger Produkte. Arbeitet man bei Drucken oberhalb 30 at

bei einer möglichst niedrigen Temperatur, bei der gerade noch befriedigender Umsatz des Kohlenoxyds erreicht wird, z.B. 170 bis 200 ° C, dann erhält man gute Ausbeuten an besonders wertvollen höchstschmelzenden Paraffinen, wie sie weder die Natur liefert noch bisher künstlich hergestellt werden konnten.

Der Gasdurchsatz ist nach oben begrenzt durch das Wärmeableitungsvermögen des Reaktionsapparates, da der Kontakt in der Lage ist, auch grössere Gasmengen als die im Beispiel genannten von einem Liter je Gramm Ruthenium und Stunde umzusetzen.

Als Synthesegas wurde im Beispiel ein Kohlenoxyd-Wasserstoff-Gemisch gewählt im Verhältnis 1 : 2. Es können aber auch wasserstoffreichere oder kohlenoxydreichere Gase Verwendung finden.

Patentansprüche:

1.) Verfahren zur Herstellung von festen aliphatischen Kohlenwasserstoffen aus Wasserstoff und Oxyden des Kohlenstoffs, dadurch gekennzeichnet, dass Rutheniumkontakt oder rutheniumhaltige Kontakte bei Temperaturen unter 300 ° C und bei erhöhtem Druck Verwendung finden.

2.) Verfahren nach Anspruch 1.) zur Herstellung von vorwiegend festen Kohlenwasserstoffen, dadurch gekennzeichnet, dass Drucke oberhalb 30 at Verwendung finden.

1.)
3.) Verfahren nach Anspruch/und/oder 2.), dadurch gekennzeichnet, dass Temperaturen zwischen 150 und 280 ° C benutzt werden.

7. Mai 1938.

An das
Reichspatentamt,
Gitschinerstr. 97/103,
B e r l i n SW 61.

Als Erfinder des von uns am 7. Mai 1938
angemeldeten "Verfahren zur Herstellung von festen
aliphatischen Kohlenwasserstoffen" benennen wir die
Herrn

Direktor Professor Dr. Franz Fischer, Geh. Reg. Rat,
Mülheim-Ruhr, Kaiser-Wilhelm-Platz 2 und

~~Abteilungsleiter Dr. Helmut Pichler, Mülheim-Ruhr,
Lenkestr. 6.~~

Weitere Personen sind unseres Wissens an
der Erfindung nicht beteiligt.

Die Erfindung ist im Kaiser-Wilhelm-Institut
für Kohlenforschung in Mülheim-Ruhr gemacht worden. Al-
le in diesem Institut gemachten Erfindungen stehen recht-
lich und wirtschaftlich nach der Satzung uns zu.

7. Mai 1938.

An das
Reichspatentamt,
Gitschinerstr. 97/105,
Berlin S.W. 61.

Anliegend übersenden wir in doppelter Ausfertigung eine Patentanmeldung, betr. "Verfahren zur Herstellung von festen aliphatischen Kohlenwasserstoffen" mit der Bitte, ein Patentrecht auf unseren Namen zu erteilen.

Die Anmeldegebühr von 25.- RM wird gleichzeitig an die Kasse des Reichspatentamtes eingezahlt.
Ein Antrag auf Nennung der Erfinder liegt bei.

Den Eingang der Patentanmeldung bitten wir uns auf anliegendem Vordruck unter Benutzung des gleichfalls beiliegenden Freiumschlages zu bestätigen.