Ta

Oberhausen-Holton, den 22.2.1945 Cl/Schr.

Olversuchsanlage

Herren Professor Dr. Martin
Direktor Dr. Hagemann

Conserve 163

Betr.: Monatebericht Januar 1945

Im Berichtsmonat Januar war es immer noch nicht möglich, die Versuchstätigkeit wieder aufzunehmen. Die vorhandenen Materialien aus Glas, Porzellan und dergl. wurden in 16 hierzu hergerichteten Kisten verpackt. Sobald die Energiebelieferung es zulässt, wird die Versuchstätigkeit in 2 Räumen des Betriebslaboratoriums KW aufgenommen.

Oberhausen-Holten, den 17. Januar 1944

C4860

Herrn Prof. Dr. Martin Herrn Dir. Dr. Hagemann Entrelation Mig. Engage AS.A. VS. Ltd. Rr. 60

Betr. Monatebericht Ülversuchsanlage für 1620 met

Im Berichtsmonat konnten die Versuche wegen Fehlens der nötigen Energien - Gas, Wasser, Strom - noch nicht wieder aufgenommen werden.

Ta

64861

Oberhausen-Holten, den 19.12.44 Cl/Schr.

(lversuchsanlage

Herren Professor Nartin Direktor Hagemann

Betr.: Monatebericht November 1944

Im November war es nicht möglich, die Versuchstätigkeit wieder aufzunehmen, da es an Strom bezw. Gas und Wasser mangelte.

llar

64862

Ruhrchemie Aktiengesellschaft Oberhausen-Holten Ya

Oborhausen-Holten, den 15. November 1944

Selanterial ing.
Emgang. 15 11 uy
Lid. 64.1 1376 1
Buente.

Herren Professor Dr. Martin Direktor Dr. Hagemann

Betrifft: Monatsbericht Oktober 1944.

Eine geregelte Versuchstätigkeit war nur in der Zeit vom 1. bis 6. Oktober möglich; dann wurde durch einen Luftangriff auf das Werk ein weiteres Arbeiten unmöglich gemacht. Die in der kurzen Zeit durchgeführten Versuchsreihen konnten nicht abgeschlossen werden. Wir werden nach Wiederaufnahme der Versuche abschließend über die Ergebnisse berichten.

Clan

Oberhausen Holten, den 17.10.1944

Sokrelarial Hg.
Empang). AS AD 44
LM. Mr., A296
Beaute.

Herren Professor Dr. Martin Direktor Dr. Hagemann

Betrifft: Monatsbericht September 1944.

3744: Die Entchlorung von Restbenzin verläuft mit Zinkspänen allein bei 10 atü Druck 190°C nicht so günstig wie bei Binsats eines Gemisches von Zink und Granosil (vgl. Juni-Bericht S.1), der Chlorgehalt sinkt auf etwa 235 mg/kg.

3794: Es wurden 15 öle verschiedenster Typen durch Mikroverbrennung analysiert; aus den C- und H-Werten konnten klare systematische Zusammenhänge leider nicht abgeleitet werden. Öle aus Kreislaufbenzin scheinen mehr H₂ je 100 C zu enthalten als solche aus Crackbenzin. Gewinnt man aus Crackbenzin Ölin 7 Stufen durch Einsatz kleiner AlCl₃-Mengen und Entfernen des jeweils gebildeten Polymerisates mittels Destillation (3776), so wird das erhaltene n-Öl immer reicher an Wasserstoff; auch nimmt die Summe \$ C + \$ H₂ stetig su:

Öl aus Stufe	$\underline{\mathbf{c} + \mathbf{H}_2} = \underline{\mathbf{H}_2/100} \mathbf{c}$
2	98,96 🛠 15,47
3	99,74 " 15,70
5	99,81 " 16,62
6	100,02 4 16,68

3844: Auf der Basis eines synth. Destillates V₅₀ = 8°R wurden weitere 50 verschiedene Rochdruckschmierble hergestellt, von denen eine Anzahl sich im 4-Kugelapparat sehr gut bewährte. Die Versuche werden weitergeführt und von Herrn Dr. Schaub ausgewertet (vgl. Nr. 3711 Maibericht).

Synthesen mit Crackbenzin

64864

3839, 3840, 3841: Ersetzt man das AlCl₃ gans oder zur Hälfte durch aktiviertes Aluminium und HOl-Gas (15 % Überschuß), so ergibt sich in den noch nicht abgeschlossenen Vergleichsreihen je 10 Synthesen folgendes Bild:
Einsatz 2,5 % AlCl₃, in 3 ½ Std. von 20° - 60°, dann 6 Std.
95°, HCl-Gas in 4 Std. einleiten.

	Al + HOl allein	1/2 (A1 + H01) 1/2 A1013	Alol, allein
n-01 Ausbeute	51,4 %	56,3 ≴	59,5 ≸
" V ₅₀	7,30	10,40	150
Kontaktöl gebildet	7,2 %	5,6 ≸	4.6 %

3833, 3837, 3838: (Vgl. August-Bericht S. 1) Ein Grackbenzin wurde in 3-facher Form 1) undestilliert, nicht neutralisiert, 2) neutralisiert, 3) als Fraktion 60 - 200°, neutralisiert, in 7 Stufen zu Öl umgesetzt. Die Analysenwerte verändern sich im allgemeinen stetig im Sinne einer Qualitätsverbesserung:

	1	2	.3
VP Stockpunkt	$\begin{array}{cccccccccccccccccccccccccccccccccccc$	$\begin{array}{c} 2,60 \rightarrow 1,56 \\ +5^{\circ} \rightarrow -40^{\circ} \end{array}$	1,95 -> 1,57
Jodsahl	116 -> 33	98 -> 43	$\begin{array}{c} -9 \implies -35^{\circ} \\ 73 \implies 44 \end{array}$
Herzasphalt V	20,6 -> 3,8 %	21,7 -> 2,5 \$	11,4 -> 2,9 %
V ₅₀	$48,5 \rightarrow 11,9^{\circ}$	$167 \rightarrow 14,1^{\circ}$	34,2 -> 10,7°

3666, 3678: (Vgl. Berichte Hai u. August) Die Versuche, die C7-Fraktion, 80 - 100° siedend, durch drei Destillationsstufen in 1° schmale Siedestreifen aufsuteilen, wurden abgeschlossen. Die Synthese dieser schmalen Streifen ergab folgendes:

Fraktion	Anteil im Fein- schnitt 80 - 100° VP des Öles				
bis 790	5,40 Gew. %	2,20			
93 - 94°	10,06	1,83			
94 - 95 ⁰	58,73 "	1,64			
95 - 96°	3,27 "	1,79			
96 - 97°	2,83 n	2,21			
97 - 98°	4,06 "	Sp.			
98 - 99 ⁰	2,34 "	Sp.			

Wie die Polhöhen der Öle, senken sich in den Siedestreifen

Dichte und Brechungsindex der Benzine bis zu einem Kinimum bei 950, um dann wieder stetig anzusteigen.

3788: Die Maßnahme, mit 8 %iger Natronlauge gewaschenes Crackbenzin zusätzlich mit Tonsil bei 20°, dann 70° zu reinigen. wirkt sich überraschenderweise in der Kaltsynthese nicht als förderlich aus:

	nur Natronlauge	auch Tonsil
		5
Angahl Synthesen	3 %	3 %
n-01 Ausbeute	61,5 \$	60,5 \$
" V ₅₀	25,8 ⁰	23,80

Das Ausgangsmaterial war arm an tiefsiedenden Kohlenwasserstoffen: Siedebeginn 63°, 10 % bis ca. 100°C.

Versuche mit Kreislaufbenzin

3713: (Vgl. August-Bericht S. 2) Die Fortsetzung der Heißraffination von nicht neutralisiertem Benzin über Tonerde war
durch die häufigen Alarme überaus erschwert; das in der Apparatur erreichte Gleichgewicht wurde fast in jeder Schicht gestört.
Der Kontakt hatte 84 Tage gut gearbeitet; dann konnten OH-Zahlen
unter 1 nicht mehr erreicht werden.

3822/3823: (Vgl. August-Bericht) Hier ist in der Heißraffination über Al₂0₃ neutralisiertes und nicht neutralisiertes Bensin verglichen. Auffallenderweise scheidet ersteres im Verdampfer mehr C-reiche Bersetzungsprodukte ab.

3835/3836: In Vergleichsreihen je 10 Synthesen wird nachgewiesen, das ein Zusatz von 0,2 % roher Phenthiasinschmelse zum Benzin vor der Polymerisation Ausbeute und Viskosität des n-Öles etwas drückt.

	ohne Phenthiazin	mit Phenthiasin
n-Öl Ausbeute	49,1 \$	48,4 \$
" V ₅₀	19,20	17,90

3781: Führt man mit einem über Al203 von Alkoholen befreiten, dann neutralisierten Co-Kreislaufbenzin unter den bekannten Eedingungen bei 100° die Zulaufsynthese aus, so sinkt auffallenderweise die V₅₀ nicht unter 6°E.

Aus der DVA wurden folgende Benzine, Fraktion 60 - 2000, probeweise auf Öl verarbeitet:

Nr.	Тур	Ofen	vorbeh.	A101 ₃	Ölausbeute	7 ₅₀ VP
3828 3834		11/14 Faß #	ZnOl ₂	4 %	51,2 %	11,1 1,62 15,1 1,72

Oberhausen-Holten, den 14.9.1944 Cl/Schr.

Herren Professor Dr. Martin Direktor Dr. Hagemann Schrotariat Fig.

Betrifft: Monatsbericht August 1944

Infolge des Bombenangriffs vom 18/19. August ging etwa die Hälfte des Berichtsmonates für eine geregelte Versuchstätigkeit verloren. Es fehlte namentlich an der Zuführung von Strom, Gas und Wasser; im Gegensats zum Juniangriff hatte dieses Mal die Einrichtung des Laboratoriums wenig gelitten; jedoch wurden erneut Gebäudeschäden verursacht.

3769: Sauerstoffstabiles Öl, hergestellt durch 2 stufiges Erhitzen mit Schwefel und Aluminiumchlorid, wurde vergleichsweise 1) mit Zink und Granosil 2) mit Zink allein entchlort. Es geht um die Feststellung, ob der in unbekannter Konstitution vorliegende S mit dem Metall reagiert und dadurch als Inhibitor unwirksam wird. Der Versuch ist noch im Gang.

Synthesen mit Crackbensin.

3776, 3824, 3825: (vgl. Julibericht S 1) Mangels eines frischen Produktes wurde ein älteres Crackbensin aus der Ölanlage in 3 facher Form 1) undestilliert, nicht neutralisiert 2) als Fraktion 60 - 200°, nicht neutralisiert 3) wie vor, neutralisiert in 7 Stufen besw. durch heissgeführte Vollsynthese su Öl umgesetst. Die I. Stufe mit 0,2 % AlOl3 s.B. ergab:

	1)		2)		_3)
V ₅₀	1070		45,-°	•	76,_°
VP .	- 2,90		3,31		3,04
V2	3,44	1 to 1 to 1 to 1	1,23		1,44

In der Folge der Polymerisationsstufen werden die analytischen Zahlen wie VP, Stockpunkt, VZ, Conradson, Harsasphalt, Jodsahl fortlaufend besser.

3669: (vgl.Maibericht) Die Fortsetzung der Synthesereihe, mit stark erhöhten AlCl_-Mengen die Fraktion 80 - 1000 umsu-

setzen, führte auffallenderweise nicht zu einer Verbesserung der Ausbeute, sondern nur zu vermehrter Kontaktölbildung. Es bleiben Restolefine, die sich nicht polymerisieren lassen. Demgegenüber ergibt die Polymerisation des durch Feindestillation abgetrennten reinen C7H14 (95°0) ein ganz anderes Bildesehr geringe Kontaktölbildung, minimaler AlOl3 - Bedarf, gute Umsetzung zu fast farblosem höchstviscosem Öl. Die Arbeit ist noch nicht abgeschlossen.

Versuche mit Kreislaufbensin.

3713: Die zur Raffination des Co-Benzins verwandte Tonerde arbeitet nunmehr bei meist 350° mit gutem Erfolg 84 Mage; der vorgeschaltete Verdampfer, der die C-reichen Ausscheidungen vom Kontakt fernhalten soll, bewährt sich demnach.

3822/3823: Hier sind Bensine in ihrem Verhalten über Tonerde verglichen, wenn sie vor der Heissraffination neutralisiert oder nicht neutralisiert werden. Die befürchtete Isomerisation macht sich nur beim Anfahren des neutralisierten Materials geltend; die Polhöhen liegen hier laufend etwas höher,im Mittel = 1,68 gegen 1,64 bei nicht neutralisiertem Bensin.-

Uber die kursseitigen Versuche im gasbeheisten Kleinofen ist ergänzend zu sagen:

3770: Das Überleiten von nicht neutralisiertem Co-Bensin bei 350° über Glasringe ohne Vorverdampfer führt nicht zur Isomerisation.

3780: Das gleiche gilt für Natronkalk anstelle von Glasringen.
3778. 3821: A Kohle dagegen wirkt schädlich; die VP der Öle
verschlechtert sich auf 1,87 !

3826. 3829: Neutralisiertes Bensin, das ohne Verdampfer direkt als Flüssigkeit bei 350° auf Glasringe tropft, scheidet gans offensichtlich weniger O-reiches Hars auf den Ringen ab als nicht neutralisiertes. Es tritt keine Isomerisation, allerdings auch keine Dehydration der Alkohole ein.-

3777: Analog 3772 (Julibericht 8 3) wird über Al203 gereinigtes, dann neutralisiertes Co-Bensin in 2 Stufen polymerisiert.

3774, 3775: Es werden auf den beiden Wegen 1) 7-stufige Kaltsynthese 2) einmalige Heißsynthese erhalten:

aus nicht neutralis.	aus neutralis	
Co - Bengin	_ Co - Bensin	
durch 7 Stufen 46,8,% n-01	46,8 % n-01	
einmalig heiss 45,3 % m	42,8 %	

Das umfangreiche Analysenmaterial aus diesen verschiedenen Synthesestudien wird nach Abschluss gesondert zusammengefaset.

3679: Die im Versuch 3685 erhaltene Co-Bensinfraktion C_{13} ergab nach Raffination mit kalter Zn Cl_2 -Lösung bei 40 % Olefinen ein Öl VP = 1,49, V_{50} = 8,9° E. Gesamtanalyse folgt.

3680, 3686: Analog wurde die nächsthöhere Siedefraktion C_{14} untersucht und verarbeitet; auch hier fällt ein niedrigviscoses öl an $VP = 1,49 \ V_{50} = 8,2^{\circ}$ E. Der Olefingehalt betrug im Ausgangsbenzin nur ca 32 %.

Aus der DVA wurden folgende Benzine, Fraktion 60 -- 200°, probeweise auf 01 verarbeitet:

Nr. Ty	p vorbehandelt	A1013	Ölausbeute	V ₅₀	VP
3771 00	nicht EnCl ₂	9 % 4 %	38,5 % 37,3 %		

An Versuchsölen übernahm der Prüfstand 200 1 Destillatöl K 2009, $V_{50} = 6.4^{\circ}$, das aus normalem Betriebsöl von uns herausgeschnitten worden war.

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

04870

Herren Professor Dr. Direktor Dr. Hagemann Sckretariat Hg.

Betrifft: Monatsbericht Juli 1944.

<u>3689</u>: 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 01 V50 = 14,10E bei 160° bezw. 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 51 sind wie erwartet bei 160° erheblicher als bei 140°. Der Verbrauch an O, erweist sich als charakteristische Meßzahl, der Kühllufteinsatz dagegen nicht.

Synthesen mit Crackbensin

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

1. Stufe 0,2 \$ AlOl, = 4,8 \$ n-01 je 1 \$ AlOl, sus 100 Bensin

0,4

0,4 "

n 0,4 =39.-

n 0.8

Das öl der 1. Stufe hatte besonders schlechte Zahlen: VP = 2.90 VZ = 3,4, Harzasphalt = 44,5 %. Die V50 betrug 1070E! -

Versuche mit Kreislaufbensin

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 Al₂0₃-Kontakt, der bereits 67 Tage gearbeitet hatte. Das nicht neutralisierte Bensin 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 bezw. nicht neutralisiertes Benzin über frischer Tonerderaffiniert. Zunächst trat Isomerisation ein, die Polhöhe der Öle stieg auf 1,77 bezw. 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 mur auf 21 herab.

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

1821: Die direkte Zuführung des Benzins zur A-Kohle, ohne vorgeschalteten Verdampfer, wirkt sich schädlich aus.

3773: Bei der kalten Raffination des Benzins mittels ZnCl2ösung wird in einigen Reihen der Einfluß der Konzentration und des HCl-Zusatzes studiert. Es zeigt sich, daß die Zugabe on fester Soda nicht genügt, um restliche Anteile der Alkoholichicht 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 % Aloi3, die Hauptsynthese mit (4 - n) %. Die Öle der I. Stufe zeigen die gleiche Polhöhe und Viskosität der Hauptsynthese, jedoch schlechten Stockpunkt, sehr hohen Harsasphaltgehalt und schlechte VZ.

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

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

1. Stufe 0,2 % AlOl₃ = 7,4 % n-Öl je 1 % AlOl₃ aus 100 Bensin

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-Bensin abgetrennte Fraktion C13 wird durch Feindestillation aufgeteilt, eingehend analysiert und mit EnCl2 raffiniert; Synthese ist in Arbeit.

Aus der DVA wurden folgende Benzine, Fraktion 60 - 2000, polymericiert:

Nr.		Typ	▼ (rbehand	elt	Ölausb	nte	V ₅₀ VP
3756/	2	Ço		ZnOl ₂		44,-	\$	9,9 1,67
3757 3758		Po Co				52,5	1 2 2 2 2 2	4,5 1,65
3759		Fe		•		42,3 55,5		10,8 1,64 12,8 1,64
3765 3766		Co				42,3		9,5 1,65
3767		Fe				29,6 52,2	≛ile di di seri	8,4 1,58 5,4 1,67

Sonstige Versuche

C4873

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) Far Kolling aus 1750 1 Diesel61 Vorlauf bis 2000 abtrennen.
- 2) Für Rottig aus 1000 1 Fe-Kreislaufbensin Fraktion 60 2000 herausschneiden.
- 3) Für unsere Raffinationsversuche aus 850 1 Co-Kreislaufbensin Praktion 60 2000 herausschneiden.

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

Engrethiat tig.

Engres 13.7. 1944

Lin. Res. 967 4

Herren Professor Dr. Martin Direktor Dr. Hagemann

04874

Betrifft; Monatsbericht Juni 1944.

Die Versuchstätigkeit fand durch den Luftangriff vom 16/17.6. eine jähe Unterbrechung. Nicht allein am Gebäude, sondern auch an der Laboratoriumseinrichtung, insbesondere der empfindlichen Apparatur, traten Beschädigungen auf, die bis jetst 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 Grackbenzinprodukten

2744: Entchlort man Restbensin in der Gasphase unter 10 atu 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 1 Brightstock Polhöhe unter 1,75 ergab sich folgendes Bild:

Crackhengin	nicht geschnitten		<u>VP</u> V50	Stockp.
9	ohne C		1,70 31,8 ⁰	-36°
	ohne 06 + 07	· · ·.	1,66 32,9° 1,62 24,7°	-38 ⁰

2) Versuche mit Kreislaufbenzin

3713: Selbst nach 67 Tagen zeigt Al203, Typ I, bei 700° kalsiniert, ohne Regeneration kein Nachlassen der dehydratisierenden Wirkung: 61. - 67. Tag OH-Zahl = 0,39. Kohtakt war braunschwarz; Gesamtleistung 2,5 m³ Bensin je 1 kg

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

Produktionstag Temperatur OH-Zahl Ø	Typ I 3745 20. – 29. 350° 0,36	20 30. 350° 0.39
Produktionstag Temperatur OH-Zahl Ø	32 35. 340° 0,66	33 36. 340° 1,07

- 3768: Das nicht neutralisierte Bensin tropfte direkt in den nur mit Glasringen gefüllten, auf 340° erhitsten Reaktionsraum; Dauer 108 Std., OH-Zahl als Hittel von 11 Werten = 2. Die auf dem Glas abgeschiedenen C-haltigen Rückstände hatten also katalytisch gewirkt.
- 3763/64: Ewel Synthesereihen, mit bezw. ohne Phenthiasin, die mit über Tonerde raffiniertem Bensin angesetzt wurden, zeigen, das der Synthese eine Neutralisation vorausgehen muß.
- 3760: Durch Destillation wird ein 01 V₅₀ = 14.7° auf fünf verschiedene Viskositätsstufen bis V₅₀ = 26.8° eingestellt. Alterung 140° folgt.
- 3699: (vgl. Bericht Mai 3696, 3698) AlCl3-nachbehandeltes, aus Co-Kreislaufbenzin, Fraktion 60 - 2000, hergestelltes 61 hatte bei 3300 folgende thermische Stabilität:

	1_	1	2		4
11013 zur ob. Schicht	0	0	,8 ≴	1.	8 4 3 4
erhitzen	٠	3 h	2000	3 h	200° 3h 200°
thermische Stabilität 330°					
V ₅₀ geht zurück auf	79	5 9	2 %	97	\$ 94 \$

Aus der DVA wurden folgende Benzine, Fr. 60 - 2000, polymerisiert.

Versuchenr. Ty	vorbehandelt	Clausboute	V50VP
3754 Go 3755 Fe 3756/1 Go 2 Go 3757 Fe 3759 Fe	ZnCl ₂ nein ZnCl ₂	41,5 % 52,8 % 39,9 % 44,- % 52,5 %	8,3 1,63 13,- 1,60 16,5 1,67 folgen

04876

3) Sonstige Versuche.

3665: Planungsgemisch. Setzt man in einer Synthesereihe zu
100 Benzin noch 3 % Vakuumdestillat II (150 - 200°
5 mm Hg), so verschiebt sich die n-Ölausbeute praktisch
nicht = von 5522 auf 55,6 %, dagegen nehmen Vak II und
Kontaktöl zu.

Im halbtechnischen Maßstab wurden 50 1 Brightstock hergestellt, sowie 200 1 Synthol für die Sauerstoffabfüllung inhibitiert.

llow

Ma.

04877

Oberhausen-Holten, den 12. Juni 1944 Cl/Se.

Sokretaria: rig.
Eingang, 13.6.44
Ltd. Rr., 863
Averton, 4

Herren Professor Dr. Martin Direktor Dr. Hagemann

Betrifft: Monatsbericht Mai 1944.

3689: Das Crackbenzin der Ölanlage hatte in zwei Durchschnittsproben OH-Zahlen von 2,2 und 1,85.

3677: Altert man ein öl unter den normalen Bedingungen unseres Testes bei 160° mit Sauerstoff verschieden lange = 1 bis 12 Std., so steigen die verschiedenen Analysenwerte im ganzon stetig an; eine Umkehr ist nicht zu beobachten. Der O2-Verbrauch ist anfünglich etwas grüßer. Die Kühlluftmengen streuen stark. Die umfangreiche Untersuchung soll die Frage klüren, ob der 6-Stundentest die obarakteristischen Migenschaften des öles richtig angibt.

1702: Nachdem sich herausstellte, das Zink allein bei höherer Temperatur den gleichen Entchlorungseffekt hat wie Zink + Tonsil bei etwas tieferer Temperatur, mußte eine entsprechende Patentanmeldung für dieses Gemisch zurückgezogen werden.

3711: Pür den 4-Kugelapparat wurden mit verschiedenen HD-Zusätzen 24 öle angesetzt.

Synthesen mit Crackbenzin

3676: Gemäß Auftrag Hagemann sollen 50 1 Brightstock für das RLM hergestellt werden. Vorversuche zeigen, daß aus normalem Grackbenzin ohne Schnitt eine VP unter 1,75 erhalten wird.

3669: (vgl. 3666 Aprilbericht) Die gesamte Praktion 80 - 100° mit 85 % Olefinen liefert eine Polhöhe VP = 1,81; nach Trennung in der 2 m-Säule erhält man folgende öle:

3678: Teilfraktion 94 - 95° (07) VP = 1,64 V₅₀ = 20,4° bis 80° (Worland) = 2,20 = 6,3°

7710: (vgl. 3709 Aprilbericht) Für den 1. Stoß eignet sich Fe013 fast ebenso gut wie AlCl3; die Hauptdaten des auf beiden wegen gewonnenen ersten Polymerisates sind:

	3709 A1013	3716 FeG13
v ₅₀	171 bis 480	52 bis 380
VP	3,8 " 2,7	3,5 " 2,8
Jodzahl	230	230
Harzasphalt	34 bis 38 %	33 bis 36 %

3784: Die kontinuierliche Kaltsynthese mit abschließender Aufheizung wird studiert.

Versuche und Synthesen mit Kreislaufbengin.

Das vornehmliche Arbeitsgebiet im Berichtsmonat war die Heißraffination von Co-Kreislaufbenzin mit Tonerde.

3713: Auch nach 60 Tagen zeigt der Typ I, bei 700° kalziniert, keine Verminderung seiner Wirkung, OH-Zahl β = 0,48 bei 350°C, Umsatz 2,3 m³ Benzin je 1 kg Katalysator.

3732.33.34: Beim gleichen Typ I 700° wirkt sich die Steigerung der Belastung bei 340° wie folgt aus (vgl. Aprilbericht S. 2 oben):

3745, 46: Die Senkung der Kelsinierungstemperatur von 700° auf 400° erhöht noch die Aktivität des Kontaktes, aber auch anscheinend seine Neigung zur Kohlenstoffabscheidung:

3667. 1668: Das so vorbehandelte Benzin liefert neutralisiert auch nach 22 Synthesen normale Ausbeuten; ohne Neutralisation geht in der 16. Synthese die Ölausbeute auf 15 % zurück, und das Kontaktöl wird hart.

3747: HCl-haltiges Zinkohlorid 1 : 1 last sich in der Kaltraffination des Benzins 3 mal verwenden. 3760: (vgl. 3729 Aprilbericht S. 2) Der Einfluß steigender V₅₀ auf die Alterungsfestigkeit wird in einer neuen Reihe noch einmal verfolgt. Das Co-Kreisbz-Öl war in der Kaltsynthese gewonnen.

3696, 3698: Ein Vergleich zeigt: Aus Kreislaufbenzin hergestellte Öle sind thermisch etwas beständiger als solche aus Crackbenzin, lassen sich aber schwerer mit AlCl₃ (bei 200⁰) stabilisieren.

3672: Die Siedefraktion C₁₁ aus Kreislaufbenzin ergab Öl VP=1,60 3675: " " C₁₂ " " " =1,57

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

Nr.	3740	Pe	Ölausbeu	te	41,-	%	VP =	1,68
•	3741	n,	11		51,7	*	=	1,61
1.	3748	n	n	•	55,-	%	•	1,63
	3750	n	n .		54,3	%	=	1,59
	3753	n	n		53,8	%		1,60
	3752	Co	n		49,5	%		1,59

Sonstige Versuche

3662, 63, 64: Werden in Reihen zu je 5 Synthesen, in Abänderung der Versuchsbedingungen 3652 - 56, metallische Zusätze wie Mg, Na nicht zur gesonderten Reinigung der Benzine verwandt, sondern direkt der Polymerisation hinzugefügt, so macht sich die sehr bemerkenswerte Verbesserung der Ausbeute und Viskosität nicht mehr geltend. Ausgang war Planungsgemisch.

3751: 3 Produkte Rottig wurden auf Ol verarbeitet.

In der halbtechnischen Anlage wurden 1000 1 hochstabiles Öl für den Versand an das RIM vorbereitet.

Clay

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

Herren Professor Dr. Martin Direktor Dr. Hagemann

Sekroturiat Hg.	
Fingerna 1 2.5.44	
Liv. Nr. 1 619 Seastw. 1	<u>-</u>

Betrifft: Monatsbericht April 1944.

3658: Altert man einen normalen, aus Crackbensin gewonnenen Brightstock V₅₀ = 48° 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 Crackbensin vorgeschnittene, dann in der 2 m-Säule erakt aufgeteilte Fraktion 80 - 100° hat bis 94° nur wenig Vorlauf; es folgen: 93 - 94° 10,- \$ / 94 - 95° 58,7 \$ / 95 - 99°

erakt aufgeteilte Fraktion 80 - 100° hat bis 94° nur wenig Vorlauf; es folgen: 93 - 94° 10,- \$/94 - 95° 58,7 \$/95 - 99° 12,5 \$, Dichte und Brechungeindex haben bei 95° ein Minimum, bei 100° ein Maximum.

1709: Eine neue mit 0,1 - 0,8 \sharp AlOly angesetate Synthesereihe seigt: Im 1. Stoß fallen Öle an mit V_{50} bis 171°, VP = 2,7 - 3,8, Stockpunkt -12 bis -11°, viel Harsasphalt und etwas Hartasphalt. Diese schlechten Anteile bleiben also bei sweistufiger Arbeitsweise dem Öl der Hauptsynthese fern.

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

Versuche mit Kreislaufbensin: Auch diesen Monat war die Heißraffination von Bensin, Fraktion 60 - 200°, über Al203 der Gegenstand umfangreicher Untersuchungen: 3713: Typ I, bei 700° kalsiniert, arbeitet nunmehr ohne Regeneration 42 Tage umd hat je
1 kg etwa 1,2 t Bensin raffiniert! Zu beachten bleibt jedoch,
daß nach 18 Tagen infolge Abscheidung von Ölkohle der Kontakt
umgepacht werden mußte. Günstige Temperatur 350 - 360°. Typ II
(3714) mußte nach 27 ½2 Tagen, Typ III (3715) nach 23 Tagen
abgesetzt werden, da OH-Eahlen 1,5 überstiegen. Es bewährt sich
daß Vorschalten von Quarastücken. - 3742/43: Bei 1200° kalsinierte Tonerde ist inaktiv und neigt stark sum Serfallen; Typ III
mehr noch als Typ I. Die nächste Reihe ist deswegen mit 400°

Kelsinationstamperatur angesetst. 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:

		2 - 1	2 = 1.5	 2 = 2
OH-Zahl	•	0,35	0,57	1,2

Der Einsats schmaler Siedestreifen aus Co-Kreislaufbensin ergab bei der Ölsynthese:

	00	010_
Bensin Siede-KS.	150	168,9
" SP-Kehl	49 %	46 \$
n-01 VP	1,67	1,64
Versuch Nr.	3659	3660

3729: Ein aus Co-Kreislaufbensin gewonnenes Polymericat wurde durch Destillation auf verschiedene Viscositätsstufen gebracht und bei 140° gealtert. Hit Ausnahme des Conradson erfahren bei der Alterung die Analysensahlen einen stetigen Rückgang. Das Ausgangsbensin war über Al203 raffiniert.

Aus der Bruckversuchsanlage wurden folgende Bensine, Fraktion 60 - 200°, polymerisiert:

ĺ		Ko ba.	<u>re</u>		
Hr.	3730	Ölausboute	42,- \$	VP =	1,69
9	3735		46,3 \$		1,61
	3737	•	34,- \$		1,82
	3739	0	39,2 \$		1,66
1		Eise	4		** .*
Br.	3724	Ölausbouto	43,8 \$	VP =	1,65
	3725	•	45,5 \$		1,67
	3731	9	44,3 \$		1,65
•	3736	g	46,3 \$		1,62
•	3738		45,7 \$		1,66
- 17				100	

Im halbtechnischen Maßstab wurden folgende Destillationen durchgeführt:

3658: 50 l Destillat V₅₀ = 6,4° aus einem Betriebsöl gleicher Viscosität für Schaub - Prüfstand,

3658: 50 1 Brightstock V₁₀₀ = 6°B aus dem gleichen Ausgangebl 3671: Aus einem übersandten Grackbensin 95 1 Rückstand >180° für Dr. Grizme.

ges. Clar

7a-

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

Herren Professor Dr. Martin
Direktor Dr. Hagemann

Solvetarial Hg.
Congenge. 1. Az. 4.44
1. M. Nr. 1. 4.99

Betrifft: Monatsbericht Marz 1944.

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

3666: Eine aus Crackbenzin vorgeschnittene 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 Gellerten 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 bezw. S + AlCl3 noch verbessert wird, wenn außerdem Diphenylamin zugesetzt wird.

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

Versiche mit Kreislaufbenzin: Der weitaus größte Teil der Arbeit im Berichtsmonat wurde auf die Heißraffination von Co-Freislaufbenzin Fraktion 60 - 200° mittels Al₂O₃ verwandt; 3 Versuchsreihen ergaben: 1) 3713 - 15 <u>verschiedene Tonerdetypen</u>: Am besten bewährte sich bezgl. Lebensdauer und Wirkung Typ I der Tokaanlage. Er war nach 30 Tagen ohne Regeneration noch vollaktiv. Mit 1 kg Kontekt 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 <u>verschiedene Alkaligehalte</u>: Kontakte mit hohen Na₂O-Gehalt sind zu wenig aktiv. Mit fallendem Na₂O steigt die Ausbeute an n-Öl. Bei 370° setzt Isomerisierung ein. 3) 3726 28 <u>verschiedene Kontaktstrecken</u>: Mit fallender Berührungsdauer gehen Ölausbeute und Raffinationseffekt zurück. Typ III der Toka-anlage ist der schwächste. -

04334

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 AlCl₃ bei 200° nachbehandelt.

Die Ofenkontrolle der Druckversuchsänlage 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, C9, C10 aus Kreislaufbenzin wurden in Reihenform fortgesetzt.

Oberhausen-Holten, den 8. Märs 1944 Abt. HL Cl/Se.

04885

Herren Professor Dr. Martin Direktor Dr. Hagemann

Sekretariat Hg.

Eingenge 9,3,44

Lid. Nr. 1 3 80 1

Betrifft: Monatsbericht Februar 1944.

3689: Bei fünf Proben Grackbensin aus Ölbetrieb lagen die OHZahlen swischen 0,67 und 1,77.
3694, 3695, 3697, 3702: Diese Versuchsgruppe beschäftigte sich
im Verfolg der Patentanmeldung R 679 mit dem Problem, bei der
Entchlorung der oberen Schicht im offenen oder geschlossenen
Gefäß die Überlegenheit der Mischung Zink + Bleichmittel gegenüber der bekannten Verwendung von Zink allein nachsuweigen.
3703: In analoger Weise wurden auf Veranlassung des Patentamtes Beispiels für das Verfahren ausgearbeitet, synthetische
Öle durch Zugabe von Schwefel und (Ochs) 2MH su stabilisieren.
Größere Mengen Öldestillat V50 = 8°E für Getriebeölversuche sind
nunmehr fertiggestellt.

Synthesen mit Crackbenzin allein: 3693: Ein normales Benzin
11efgrte in längerer Synthesereihe bei 25°C 61,1 % n-01, V50 =
25,4°. Wird ZnCl2 der Polymerisation sugesetzt, so sinkt die
Viscosität auf ca. 20°. - 3692: Wird das Benzin durch ZnCl2Lauge vorbehandelt und außerdem etwas Phenthiasin sugefügt, so
geht die Ausweirkungen des mit FeCl3 oder AlCl3 durchge3688, 3690: Die Auswirkungen des mit FeCl3 oder AlCl3 durchgeführten "1. Stoßes" auf die Hauptsynthese werden weiter verfolgt.
3696: Die Nachbehandlung einer frischen oberen Schicht mit AlCl3
bei 200° soll zeigen, ob zwischen Crackbenzin und Kreislaufbenzin
grundsätzliche Unterschiede hinsichtlich der thermischen Stabi-

Synthesen mit Kreislaufbenzin allein: 3698, 3699: Je eine Probe Fe- bezw. 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 den Benzinen gewonnenen n-Öles schlechter wurde. Bei der Fraktion 60 - 320° (sehr tief!). Die ofenkontrolle der Druckversuchsanlage ergab: 1) 3700 Eisen VP = 1,60 2) 3701 Kobalt VP = 1,63.

3713 - 3715: Drei verschiedene, von Spiske hergestellte und bei ohne Unterschied eine gute Fignung für die Vorreinigung von fluß von restlichem Alkaligehalt im Katalysator wird gleichzeitig studiert. Nur hohe Na20-Gehalte scheinen zu stören.

Synthesen aus Planungsgemisch: Der Vergleich der nachfolgenden Reihen 8 10 Bynthesen seigt den günstigen Rinfluß von großen AlCl; Mengen (5 %) und weitgehender Reinigung des Ausgangsbensins auf die Ölgewinnung:

62006

3653 mit ZnCl2 gereinigt, OH-Zahl = 3,9; Ausbeute 50,2 % V50 20,70 3656 ZnCl2, dann destilliert " 2,4 " 49,8 % 25,90 25,90 3655 ZnCl2, dann Mg + 0,5 % AlCl3 als 1. Stoß, OH-Zahl = 0, Ausbeute 50,7 %, V50 = 27,4 / 3654 ZnCl2, dann Na, OH-Zahl = 0, Ausbeute = 50,7 %, V50 = 30,8 % (!).

Öle für Versuche: Schaub erhielt je 50 1 1) Öldestillet aus Japanöl 2) normales Rückstandsöl aus Betrieb, 3) Destillet aus 2); alle hatten V50 = 6,5

Siren vertraulich.

Senutn hergestellt 1) Motorenrückstandisch v50 = 18,2°

2) Cylinderöl vattraus all Reservich lattraus 1878.

Direktor Dr. Hagemann

Sekretarint In	u.
Eingeng 1 40.2.44 Ltd. Nr. 1 182	<i>-</i>
Beentw. I	1:

Betrifft: Tätigkeitsbericht Monat Januar 1944.

Anfang des Monats wurde das Laboratorium in die neue Ölanlage verlegt. - 3689: Weitere 8 Proben Crackbenzin aus Ölbetrieb zeigten OH-Zahlen um 2,-, einmal sogar bis 4,1. - 3559. In einer 3. Reihe bestätigt sich die Beobachtung, daß die Zumischung eines dünnen Rückstandsöles V₅₀ = 4 - 6 zu einem 60er Brightstock gleicher Polhöhe die VFH überrasgnenderweise verbessert. - 3579: Bei der Inhibitierung eines 7 -Öles mit 0,5 % rohem Phenthiazin genügt schon die 1-stündige Erhitzung mit 0,25 % AlOl3 auf 100 C, um das im Glas aufbewährte Öl für zweieinhalb Monate klar zu halten (36 Proben). - 3644: Als Beispiel für eine Patentanmeldung wird die entchlorende Wirkung von Bleichmittel und Zink mit dem metall allein in der Gast und Flüssigphase verglichen.

Synthesen mit Crackbenzin allein: 3637, 3682: Eine Reinigung des Benzins mit Natrium erhöht die Ausbeute von 57,3 auf 58,3 \$ und die V₅₀ von 19,9° auf 21,6°; sonstige analytische Werte wurden nicht beeinflußt. - 3615: Das n-Öl von 22,7°E enthält nur ca. 49 \$ 50er Brightstock; der gleiche Gehalt wurde in einem Öl V₅₀ = 17,5°E gefunden. Eine strenge kurvenmäßige Beziehung zwischen V₅ des n-Öles und dem Brightstockgehalt besteht nicht. - 3642, 3643: Eine längere Synthesereihe, die den Einfluß der Benzinreinigung von alkoholischen Bestandteilen mittels ZnCl2 feststellen soll, ist angesetzt. - 3650: Nach früheren Beobachtungen ist Eisen-haltiges AlCl3 dem chemisch reinen gleichwertig; es bestätigt sich jedoch nicht, daß bei 6 AlCl3/100 Benzin 75 \$ dieser Menge durch FeCl3 ersetzt werden Können. - 3640, 3688: Eine Reinigung des Benzins mit kleinen Mengen AlCl3 bezw. FeCl3 durch "1. Stoß" zeigt keine Überlegenheit des FeCl3 bezüglich dieses Raffinationseffektes. In beiden Fällen werden Öle mit VPH = 2,6 - 4 (Vorteil) und V₅₀ = 55 - 140° g (Nachteil für die Hauptsynthese) abgeschieden.

Synthesen mit Kreislaufbenzin: 3641: Vier Synthesen, bei denen die obere Siedegrenze des Ausgangsbenzins zwischen 200° und 320° variiert wurde, sollen klären, ob der Stockpunkt durch die langen Ketten wirklich ungünstig beeinflußt wird. Je höher dieser Endpunkt liegt, umso schlechter lassen sich die Benzine mit ZnCl2 von Alkoholen befreien. – 3572: Das aus C6 gewonnene Öl wird in verschiedenen Viscositätsstufen analysiert. 3647: Aus C7, nach Engler 5 % bis 88°, 95 % 125° siedend, SKZ = 100,3 fiel in 10 Synthesen ein n-Öl an mit VPH = 1,78 V50 = 11,1°. Stockpunkt = -49°. Die analytischen Daten entsprechen einem analogen Crackbenzinprodukt.

Synthesen aus Planungsgemisch: 3645: In der Kaltsynthese 20°, bei Vorlags von 70 % Kontaktöl wurden erhalten mit 4 % Al013 V50 = 15,7°, mit 5 % 16,9°, mit 6 % 21,2°E.

Versandproben für französ. Gesellschaft Alais, Froges et Ca-marque: Im halbtechnischen Maßstab wurden aus Eisenkontaktbenzte herb benzin hergestellt 1) Motorenrückstandsöl V50 = 11,20, 2) Cylinderöl V50 rsu5,21 3) aspindelüluy50 201,870.