

3996 - 30/301 et *de Herve*  
153

004204

MONATSBERICHT

LABORATORIUM AMSTERDAM.

Nr. 7.

Oktober 1943.

Betriebsnummer: 0/1900/0040.

004205

I.

ERZEUGUNG FÜR DEN  
NIEDERLÄNDISCHEN MARKT.

I. ERZEUGUNG FÜR DEN  
 NIEDERLÄNDISCHEN MARKT.  
 =====

I-1.

## HERSTELLUNG VON SCHMIERFETTEN.

Im Monat Oktober betrug die Produktion an  
 konsistenten Fetten behufs des niederländischen Marktes:

4.2 t FA 1  
 1.6 " Spritzfett  
 28.4 " F 1  
 10.8 " Hochdruckfett RB  
 0.6 " Kugellagerfett R 175  
 -----  
 45.6 t insgesamt.

Die Anlage arbeitete regelmässig; es liegt  
 kein Anlass zu besonderen Bemerkungen vor.

-----

I-2.

HERSTELLUNG VON SCHMIERÖLEN;  
 REGENERATION VON TRANSFORMATOR-,  
 TURBINEN- UND KOMPRESSORÖLEN.

1. Bohröl.

Hergestellt : 8160 kg M 5, wovon 4740 kg V-M 5  
 Rekonditioniert: 1019 " Bohröl M 5  
 1348 " " M 2  
 Hergestellt : 1861 " Emulgator Halbprodukt.

2. Schneidöl.

Hergestellt : 584 kg V-MB 21  
 177 " Nofatöl  
 Noch in Bestellung etwa 4800 kg Nofatöl.

3. Rohrgewindeschmier.

In Bestellung : 200 kg.

4. Verschiedene durch Mischen herzustellende Öle.

Hergestellt : 161 kg B 120 VL  
 5940 " Kompressoröl 15  
 19 " Golden Shell S.  
 1656 " S.C.O. 13  
 Noch in Bestellung etwa 4500 kg S.C.O. 13.

5. Regenerierung von Kompressoröl.

Verarbeitet: 10500 kg gebrauchtes Kompressoröl,  
daraus bereitet und abgeliefert:  
5294 kg leichte Kohlenwasserstoffe  
2124 " regeneriertes Kompressoröl.

6. Transformator- und Turbinenöle.

Abgeliefert: 1150 kg regeneriertes Transformatoröl  
2160 " " " Turbinenöl  
531 " Turbinenöl mit Antioxydant  
versehen.

7. Regenerierung von verschiedenen anderen gebrauchten Schmierölen.

7 Aufträge, insgesamt zu verarbeiten etwa  
4000 kg; etwa 3257 kg regeneriertes Öl abgeliefert.

8. Herstellung technischer Natronlauge für eignen Gebrauch.

Hergestellt und abgeliefert: 3764 kg Lösung  
(mit einem Gehalt 30 - 50 %).

I-3.

HERSTELLUNG VON SCHÄDLINGS-  
BEKÄMPFUNGSMITTELN.

Im Monat Oktober wurden noch 500 l Shell WD 200,  
bestimmt für Bespritzung von Trauben in Treibhäusern, her-  
gestellt. Weiter wurde mit der Herstellung des Universal-  
winterspritzmittels Shell WU 117 angefangen. Davon wurde  
im Oktober 91 Litertonnen erzeugt.

I-4.

HERSTELLUNG VON BITUMENEMULSIONEN  
UND GLASERKITTERSATZ.

Die Produktion im Oktober betrug:

C <sub>13</sub> S (Emulsion für Glaserkittersatz)	5.2 t
C <sub>13</sub> HFC (Emulsion für Schutzanstriche)	8.4 t
Kernofix (Pechemulsion für Kernbindmittel)	0.9 t.

I-5.

HERSTELLUNG VON LÖSUNGSMITTELN  
FÜR LACKE UND FIRNISSE.

1. Herstellung von Tetrahydronaphthalin.

In der Berichtsperiode wurde aus 40.3 t Naphthalin 40.9 t Tetrahydronaphthalin hergestellt. Mit Rücksicht auf die Zusammensetzung des Endproduktes sind keine Einzelheiten zu erwähnen.

2. Herstellung von Methylcyclohexanol.

Aus 5.6 t Kresol wurden 5.2 t Methylcyclohexanol hergestellt. Auf Kresol berechnet betrug die Ausbeute 93 bis 94 %.

I-6.

HERSTELLUNG VON SORBITOL  
ALS ZWISCHENPRODUKT FÜR  
DIE PRODUKTION VON VITA-  
MIN C.

In der Berichtsperiode wurde kein Sorbitol hergestellt, da hierfür kein Auftrag vorhanden war. Am Ende des Monats wurde die Produktion wieder in Angriff genommen.

004209

II.

ALLGEMEINE FORSCHUNGSARBEITEN  
AUF DEM  
ERDÖL- UND MINERALÖLGEBIETE.

II-A.        U N T E R S U C H U N G E N  
 A U F   D E M   G E B I E T E   D E R   Ö L E R -  
 F O R S C H U N G   U N D   Ö L F Ö R D E R U N G .  
 =====

II-A-1.

VORAUSSAGEN ÜBER DIE FÜNDIGKEIT  
 VON ERDÖL, AUS DER KENNTNIS DER  
 ÖLMUTTERGESTEINE UND DER MIGRA-  
 TIONSWEGE DES ERDÖLS.

UNTERSUCHUNGSTHEMA:

- a) das Finden einer Methode um mittels Rohölanalysen festzustellen, ob verschiedene Öle aus einem Gebiet einen gemeinschaftlichen Ursprung aus einer Ölmuttermutterformation haben oder ob sie aus mehreren Mutterformationen stammen, und wenn möglich die Lage dieser Ölmuttermutterformation(en) zu ermitteln;
- b) die Ermittlung charakteristischer Kennzeichen von Ölmuttermuttergesteinen mittels Gesteinanalysen.

ZUSAMMENFASSUNG DER UNTERSUCHUNG:

Zu a.

Die Methodik für die Untersuchung der Rohölmittelfractionen ist nun so fern ausgebreitet, dass mit Seriebestimmungen angefangen werden kann.

Die Untersuchung umfasst zunächst eine Hydrierung der Mittelfractionen, mit nachträglicher Rektifizierung des hydrierten Produktes in Fractionen von etwa 30°. Von diesen Fractionen wird eine Ringanalyse ausgeführt und, soweit der Erstarrungspunkt nicht unter dem Schmelzpunkt von Quecksilber liegt, ausserdem eine Bestimmung des Gehaltes an kristallisierbaren Bestandteilen auf dilatometrischem Wege.

In dieser Weise kann annähernd von jeder Fraction mit nicht zu niedrigem Erstarrungspunkt der Prozentsatz kristallisierbarer paraffinischer Kohlenstoff und der Prozentsatz nichtkristallisierbarer paraffinischer Kohlenstoff bestimmt werden. Wahrscheinlich sind diese Grössen wichtig zur Auffindung geochemischer Kennzeichen der Mittelfractionen. Auch ist zu erwarten, dass die Einsicht in die Bedeutung der geochemischen Kennzeichen der Benzinfraktionen dadurch vertieft wird.

Vorläufig werden sechs Mittelfractionen auf obengenannte Weise untersucht werden und zwar von Rohölen, deren Benzine bereits untersucht worden sind.

Zu b.

Die bereits erhaltenen 8analytischen Resultate, kombiniert mit den geologischen Daten, machen es sehr wahrscheinlich, dass in Südsumatra die Telissa-Formation Ölmutterformation ist. Um zu versuchen einen Eindruck davon zu gewinnen, ob diese ganze Formation Öl generiert hat oder nur bestimmte Zonen daraus, haben wir nun mit Bestimmungen von organischem Kohlenstoff und Stickstoff von 50 Gesteinmustern von Südsumatra angefangen. In diese Serie sind zum Vergleich auch Muster aufgenommen, wovon man als sicher annehmen darf, dass sie kein Ölmuttergestein sind.

Der erste Schritt in dieser Untersuchung ist die Festsetzung einer wenig zeitraubenden und genügend genauen Analysenmethodik.

GEPLANTE UNTERSUCHUNG:

Fortsetzung der vergleichenden Benzinuntersuchung zur Feststellung von geochemischen Kennzeichen von Rohölen.

Untersuchung der Mittelfractionen einiger Rohöle, einerseits zur Prüfung ob auch bei diesen Fractionen Kennzeichen von geologischer Wichtigkeit gefunden werden können, andererseits zur Vertiefung der Einsicht in die geochemische Bedeutung der Benzinuntersuchung.

Kohlenstoff- und Stickstoffbestimmungen in Gesteinmustern von Südsumatra mit dem Zweck zu prüfen, ob solche Bestimmungen nützlich sind beim Auffinden von Kennzeichen von Ölmuttergesteinen.

II-A-2.

UNTERSUCHUNGEN VON BOHRKERNEN  
AUS DEN BOHRUNGEN IM OSTEN DER  
NIEDERLANDE.

UNTERSUCHUNGSTHEMA:

Mineralogische Serienuntersuchung der Bohrkern im Osten des Landes mit dem Zweck in den vorkommenden Gesteinsschichten eine Anzahl Mineralienzonen nachzuweisen, die für die Korrelation der Schichten in den verschiedenen Bohrungen angewandt werden können.

Es hatte sich bereits als wahrscheinlich herausgestellt, dass sich auf Grund des Granatgehalts ein Unterschied feststellen liess zwischen Unterbuntsandstein einerseits und Röt- und Mittenbuntsandstein anderseits. Zu prüfen war noch, ob weitere Differentiierung möglich wäre.

#### ZUSAMMENFASSUNG DER UNTERSUCHUNG:

In den vergangenen Monaten wurden Muster untersucht von den Bohrungen Deurungen 2, Lochem 1, Coevorden 2 und Bentheim 13.

Aus den Ergebnissen dieser Untersuchungen geht hervor, dass tatsächlich auch Oberbuntsandstein auf Grund des Granatgehaltes von Mittenbuntsandstein unterschieden werden kann. Der Oberbuntsandstein enthält nämlich hohe Prozentsätze Granat, der Mittenbuntsandstein überhaupt keinen Granat.

#### GEPLANTE UNTERSUCHUNG:

Die Untersuchung wird zur Erzielung mehrerer Daten über diese Buntsandsteindifferentiierung mit neuen Mustern des Buntsandsteins der Bohrungen Bentheim 11, 12 und 13 fortgesetzt.

II-A-3.

#### SEDIMENT-PETROGRAPHISCHE FORSCHUNG : KORNGRÖSSE- UNTERSUCHUNG.

#### UNTERSUCHUNGSTHEMA:

Zweck dieser Untersuchung ist zu prüfen, ob die Korngrösseverteilung von Sedimenten die Umstände, unter denen das Sediment entstanden ist, andeuten kann.

#### ZUSAMMENFASSUNG DER UNTERSUCHUNG:

Mit Rücksicht auf die Ergebnisse der Untersuchung von rezenten Flusssedimenten, die in einem Bericht zusammengefasst wurden, sahen wir eine Möglichkeit Flusssedimente makroskopisch im Felde zu erkennen.

Dr. Douglas machte dazu eine Studienreise nach Limburg und Brabant, wo er die diluvialen Absetzungen der Maas studierte. Bevor über diese Unter-

suchung berichtet werden kann, müssen auch stromabwärts des Flusses noch rezente Absetzungen studiert werden. Herr Prof. Edelmann lässt hier in kurzem Versuchsgruben graben, die dann von Herrn Dr. Doeglas besucht werden sollen.

Muster, die in Limburg gesammelt wurden, werden nunmehr untersucht.

11-A-4.

BESTIMMUNG DER AUSBEUTE AN  
GEWINNBAREN ÖLEN AUS ÖLFÜHREN-  
DEN SCHICHTEN.

1. Eigenschaften von ölführenden Schichten.

- a) Einfluss des elektrischen Widerstandes der Schicht auf den SP-Effekt.

UNTERSUCHUNGSTHEMA:

Messung des SP-Effektes an "künstlichen" Kernmustern verschiedenen elektrischen Widerstandes.

Es sind Messungen ausgeführt worden mit Formationen, die mit Salzwasser bzw. Öl gefüllt waren. Es wurde der vorläufige Eindruck erhalten, dass diese verschiedenen Formationen keinen Einfluss auf den SP-Effekt ausübten. Die Versuche sollten bei höheren Drucken und mit anderen Schichttypen fortgesetzt werden. Vorläufig beschränken wir uns auf das letztere.

ZUSAMMENFASSUNG DER UNTERSUCHUNG:

Diesen Monat wurden "Gesteine" angefertigt, zusammengesetzt aus Zement gemischt mit etwa 30 % Sand. Eine der Zementformationen war mit Wasser bereitet, das 5 % NaCl und 1 % Tragakanth enthält, damit die Permeabilität sich möglichst viel einem Wert 0 näherte. Die Formation hatte also bei einer Permeabilität Null ein gutes elektrisches Leitvermögen. Ein zweites Zementgestein wurde ohne NaCl-Zusatz angefertigt und ein drittes ohne Zusatz von NaCl oder Tragakanth.

Der SP-Effekt wurde nun gemessen gegenüber Formationen, die zusammengesetzt waren aus einem oder zwei Sandsteinen und zwei oder einem Zementstein. Wir massen immer gegenüber den Zementsteinen einen viel niedrigeren SP-Effekt als gegenüber dem Sandstein.

Vorläufig möchten wir uns, in Erwartung weiterer Versuche, der Interpretation dieses Resultats enthalten.

Zunächst ist jedoch die Apparatur derart abzuändern, dass eine Elektrode kontinuierlich an der Formation entlang auf und ab bewogen werden kann um Messungen an allen Punkten zu ermöglichen.

## 2. Das Strömungsverhältnis von Öl und Gas in der Schicht.

### UNTERSUCHUNGSTHEMA:

Bestimmung des Widerstandes, der Öl und Gas bei gleichzeitiger Strömung durch poröse Gesteine erfahren.

Im vorigen Monatsbericht wurde aus den mit verschiedenem Druckgradienten ausgeführten Versuchen die vorläufige Folgerung gezogen, dass die Permeabilität stark vom Druckgradienten abhängig ist.

### ZUSAMMENFASSUNG DER UNTERSUCHUNG:

Der mit einem kleineren Druckgradienten angestellte Versuch hat seinen Gleichgewichtszustand noch nicht erreicht, so dass noch keine Resultate erwähnt werden können.

Ein Versuch mit dem permeabeleren Kern wurde noch nicht eingesetzt, da erst eine neue Verkittmethode für die Muster auszuprobieren war; die bisher angewandte Methodik führt auf die Dauer doch zu Schwierigkeiten. Die neue Technik besteht darin, dass man den Kern in ein zylindrisches Metallrohr stellt. Der Raum zwischen Kern und Zylinder wird mit Woods Metall ausgefüllt und das Ganze einem bestimmten Überdruck unterzogen. Aus den Vorversuchen erhielten wir den Eindruck, dass bei Anwendung des richtigen Überdruckes (wahrscheinlich etwa 10 - 20 cm/Hg) eine gute Abdichtung erzielt wurde.

### GEPLANTE UNTERSUCHUNG:

Fortsetzung des Versuches bei niedrigem Druckgradienten, danach bei einem hohen Druckgradienten. Weitere Ausarbeitung der Verkittmethode.

004215

- 9 -

11-A-5.

VERBESSERUNG DER ÖLAUSBEUTE  
ÖLFÜHRENDER SCHICHTEN DURCH  
VERDRÄNGUNG RESTLICHEN ÖLES  
DURCH WASSER.

UNTERSUCHUNGSTHEMA:

Bestimmung des Einflusses der Geschwindigkeit der Ölverdrängung auf die Ölausbeute.

Bisher wurde gefunden, dass die Verdrängungsgeschwindigkeit keinen oder wenig Einfluss auf die Ausbeute der Verdrängung von Öl aus einem Kern hatte.

ZUSAMMENFASSUNG DER UNTERSUCHUNG:

Kerosin wurde aus dem Kern mit einer Permeabilität von  $260 \times 10^{-11} \text{ cm}^2$  mit einer Geschwindigkeit von 4.2 m/Jahr verdrängt. Die Ausbeute beim Hervortreten der Wasserfront durch den Kern betrug 45.9 %, die nachträgliche Ausbeute 0.2 %, so dass die Gesamtausbeute 46.1 % war. Auch dies bestätigt wieder den bereits gewonnenen Eindruck, dass die Geschwindigkeit kaum einen Einfluss auf die Ausbeute ausübt.

Mit dem permeabeleren Kern (etwa  $2000 \times 10^{-11} \text{ cm}^2$ ) wurde ein Versuch bei einer Geschwindigkeit von 20.9 m/Jahr eingesetzt. Der Kern war gefüllt mit einem Öl, dessen Viskosität 0.261 Poisen bei 25° C betrug. Das Öl war eine Mischung von 64 % Paraffinöl P 34 und 36 % Spindeldestillat P 403. Die Ergebnisse sind noch nicht bekannt.

GEPLANTE UNTERSUCHUNG:

Fortsetzung der Versuche mit beiden Kernen bei anderen Geschwindigkeiten bzw. Ölen mit anderer Viskosität.

11-A-6.

DAS AUFFINDEN EINES ERSATZ-  
MITTELS FÜR ZEMENT ZUM AB-  
DICHTEN DER BOHRLOCHSOHLE.

Anlässlich der nunmehr erschienenen Literaturstudie können wir als Hauptfolgerungen mitteilen:

Die Suche nach einem allgemeinen Ersatz von Zement ist unzweckmässig, ebenso wie die Suche nach einem Ersatz für Verrohrungszementierungen. Wohl hat es Zweck hierfür nach einem Stoff zu suchen, der die Bindzeit und wenn möglich die Verhärtungszeit von Zement regulieren kann.

Der Zementpropfen kann vielleicht durch bestimmte neue Formaldehyd-Kunstharze ersetzt werden, vorausgesetzt dass diese sich beim Erhärten nicht zusammenziehen. Auch die sogenannte elektrochemische Bodenstabilisierung, wobei mittels eines elektrischen Stromes und Aluminium Elektroden der Boden verfestigt wird, kommt für nähere Prüfung als Wasserabschlussmethode in Betracht.

Ausser den oben erwähnten Untersuchungspunkten betr. Ersatz von Zement sind noch einige andere Themen zur näheren Prüfung hervorgetreten.

Welche der im Bericht eingehend ausgeführten Punkte weiter ausgearbeitet werden sollen, ist abhängig von den darüber noch abzuhaltenden Besprechungen.

II-A-7.

-----

VERBESSERUNG VON DICKSPÜLUNG  
UND UNTERSUCHUNG VON TON AUF  
DIE VERWENDUNGSMÖGLICHKEIT  
FÜR DICKSPÜLUNG.

NEUES UNTERSUCHUNGSTHEMA:

Studium des Verhaltens konzentrierter Sulfit-abfallaugespülungen.

In der Zeitschrift "Öl und Kohle" vom 15. August 1943 wird in einem Aufsatz von W.v.Engelhardt nachfolgendes beschrieben:

Die bekannte Tatsache, dass harte Sandsteine und Quarzite nichts weniger als nützlich für einen guten Bohrfortschritt sind, z.B. beim Erbohren von Erdöl, veranlasste Herrn Prof. Dr. A. Bentz dazu dem Sediment-petrographischen Institut der Universität Göttingen Weisung zu geben, zu prüfen ob auf irgendeine Weise die beim Durchbohren von Sandgesteinen anzustellende Bohrarbeit verringert werden konnte. Der betreffende Aufsatz beschreibt zu diesem Zwecke vorgenommene Versuche. Man kommt darin zu der Schlussfolgerung, dass eine richtige Wahl der verwendeten Spülflüssigkeit tatsächlich zu einer Verringerung der erforderlichen Bohrarbeit führen kann. Es stellte sich heraus, dass in polaren Flüssigkeiten eine merklich grössere abschleifende Wirkung von Stahl auf Quarz erhalten wurde als in unpolaren Flüssigkeiten.

Weiter war der erwünschte Effekt grösser je nachdem die polaren Moleküle grösser waren, während auch kolloidale Lösungen polarer Stoffe einen merkbaren Effekt aufwiesen. Die Konzentration der Stoffe muss dann jedoch gross sein. Es wurden besonders günstige Ergebnisse mit einer Lösung von Sulfitabfallauge in Wasser erzielt.

004217

- 11 -

Eine 50 %-ige Lösung in Wasser zeigte einen etwa 1.4 fachen Abschiff gegenüber reinen Wasser.

Da das Resultat obiger Versuche sehr vorteilhaft erscheint, wurde uns gebeten auf Grund obiger Daten auf Basis einer etwa 50 %-igen Sulfitlauge eine Dickspülung zusammenzusetzen, die den üblichen Anforderungen der Praxis entsprechen sollte.

In der Berichtsperiode wurde mit dieser Untersuchung experimentell angefangen.

11-A-8.

THEORETISCHE UNTERSUCHUNG NACH  
DER VISKOSITÄTS- UND THIXOTROPIE-  
ERNIEDRIGENDEN WIRKUNG VON CHEMI-  
KALIEN AUF DICKSPÜLUNG.

Wegen Personalmangel konnte an diesem Auftrag noch nicht gearbeitet werden.

11-B.            U N T E R S U C H U N G E N  
 A U F   D E M   G E B I E T E   D E R   Ö L -  
 R A F F I N A G E   U N D   V E R A R B E I -  
 T U N G   V O N   R O H Ö L   U N D   D E S -  
 S E N   P R O D U K T E N .

=====

11-B-1.

HERSTELLUNG HOCHWERTIGER SCHMIGRÖLE  
 DURCH EXTRAKTION VON RÜCKSTANDOLEN  
 MIT ANTIMONCHLORID.

UNTERSUCHUNGSTHEMA:

Semitechnische Versuche über die einstufige kontinuierliche Extraktion mit und die Rückgewinnung von Antimontrichlorid.

ZUSAMMENFASSUNG DER UNTERSUCHUNG:

a) Rückgewinnung von Antimontrichlorid.

Im vorigen Monatsbericht wurde bereits erwähnt, dass mit einer Anzahl Versuche angefangen war über die Zersetzung von  $SbCl_3$  durch Reaktion mit Kohlenwasserstoffen, mit oder ohne Zusatz von Eisenverbindungen zum Gemisch.

Als Kohlenwasserstoffe benutzten wir die leichten Fraktionen, die von einem Irak Rückstand bei einer Temperatur bis  $235^\circ C$  und einem Druck von 5 cm Hg abrektifiziert werden konnten, und der abrektifizierte Irak Rückstand an sich,

Die bei den Versuchen benutzten Stoffe wurden sorgfältig von den letzten Spuren Feuchtigkeit und HCl befreit.

Die Ergebnisse sind in nachstehende Tabelle zusammengestellt, wobei die Zersetzung aus der entwickelten Menge HCl bestimmt worden ist; die angegebenen Zersetzungsprozentsätze sind % des ursprünglich anwesenden Antimontrichlorids.

ZAHLENTAFEL 1.

Nr.	Gemisch	Temp. ° C	Druck cm Hg	Zersetzung %/St.
1	"Tops" Irak Rückstand + 3 Gew. % $\text{SbCl}_3$	178	5.0	0.62
5	Irak Rückstand + 3 Gew. % $\text{SbCl}_3$	200	5.0	0.62
6	Irak Rückstand + 1 Gew. % $\text{FeCl}_3$	200	5.0	2.50
9	Irak Rückstand + 3 Gew. % $\text{SbCl}_3$	185	5.0	0.64
10	Irak Rückstand + 3 Gew. % $\text{SbCl}_3$ + 1 Gew. % $\text{Fe}_2\text{O}_3$	185	5.0	1.48
11	$\text{SbCl}_3$ + 7.0 Gew. % "Tops" Irak Rückstand	140	5.0	0.107
12	$\text{SbCl}_3$ + 7.4 Gew. % "Tops" Irak Rückstand + 0.7 Gew. % $\text{Fe}_2\text{O}_3$	140	5.0	0.091

Die Versuche dauerten meist 15-20 Stunden; einmal wurde ein Versuch 40 Stunden fortgesetzt. Die Zersetzungs-  
zahl ist der Durchschnittswert über die ersten fünf Stunden  
des Versuches; während dieser Zeit war die HCl-Entwicklung  
ziemlich konstant. Darauf trat eine Senkung ein (Abnahme  
der Menge  $\text{SbCl}_3$  in Reaktionsgemisch durch Destillation  
und Kondensation im Aufsatzkühler; Verschwinden der reakti-  
vsten Ölkompontenten).

Aus den Versuchen 1, 5 und 9 lässt sich schliessen,  
dass leichtes und schweres Öl praktisch dieselbe Reaktivi-  
tät mit  $\text{SbCl}_3$  aufweisen. Die Menge von 3 Gew. %  $\text{SbCl}_3$  auf  
Öl ist ungefähr die Hälfte der Konzentration an  $\text{SbCl}_3$  im  
Öl, das in die erste Säule der semitechnischen Apparatur  
eintritt.

Berechnet man aus der bekannten Verweilzeit  
und aus den für die Zersetzung pro Stunde gefundenen  
Werten, welcher  $\text{SbCl}_3$ -Verlust infolge der Zersetzung  
von  $\text{SbCl}_3$  in der ersten Säule der semitechnischen Appa-  
ratur zu erwarten ist, so findet man hierfür bei E-Phase  
0.03 % und für R-Phase 0.1 %. Diese Zahlen beziehen sich  
auf die ursprünglich in den Phasen anwesende Menge  $\text{SbCl}_3$ .  
Gefunden wurde jedoch für die Zersetzung von  $\text{SbCl}_3$  in der  
gesamten semitechnischen Apparatur 0.6 % bzw. 1.2 %.  
Diese Werte liegen also um eine Grössenordnung höher,  
so dass wir die beobachtete Zersetzung noch nicht erklä-  
ren können.

Zur Erzielung einer besseren Einsicht in die  
Zersetzung wurde beschlossen zur Ausführung von Destil-  
lationsversuchen in einer ganz gläsernen Apparatur über-  
zugehen, auf dieselbe Weise wie in der ersten Säule der  
semitechnischen Apparatur.

Aus Versuch 10 geht hervor, dass  $Fe_2O_3$  die Zersetzung fördert und zwar ist die Zersetzungsgeschwindigkeit etwa  $2\frac{1}{2}$  Mal so gross. Über das Mass dieses Effektes in der semitechnischen Apparatur lässt sich schwer etwas vorhersagen; es ist jedoch klar, dass es erwünscht ist die Säulen so gut wie möglich vakuumdicht zu machen, um Zutreten von Luft (Sauerstoff und Feuchtigkeit) vorzubeugen.

Die Versuche 11 und 12 sind repräsentativ für den Boden der zweiten Säule. Diese Zersetzung ist in Prozenten zwar nicht gross, aber wegen der grossen Menge  $SbCl_3$  doch, in absolutem Sinne, viel grösser als die in der ersten Säule.

Es ist also wichtig die Ölkonzentration im  $SbCl_3$  (Boden zweiter Säule) möglichst niedrig zu halten, was dadurch erzielt werden kann, dass man den zu extrahierenden Rückstand derart destilliert, dass eine gute Trennung zwischen den flüchtigsten Ölkomponenten und dem  $SbCl_3$  in der ersten Säule erreicht wird. Weiter ist das  $SbCl_3$  möglichst schnell aus dem Boden der zweiten Säule zu entfernen.

Nach den Zersetzungsahlen würde diesmal  $Fe_2O_3$  die Zersetzung nicht fördern. Bei Analyse des Sedimentes im Reaktionskolben wurde jedoch gefunden, dass alles  $Fe_2O_3$  in  $FeCl_3$  umgesetzt worden war, wobei eine äquivalente Menge  $SbCl_3$  in  $SbOCl$  umgewandelt war. Die Entstehung von  $SbOCl$  in der Apparatur ist eine sehr hinderliche Erscheinung (Verlust von  $SbCl_3$  und eventuell auch Verstopfungen von Leitungen). Es ist also bestimmt notwendig dafür zu sorgen, dass kein  $Fe_2O_3$  entstehen kann. Die Apparatur soll also gut vakuumdicht sein, denn  $FeCl_3$  reagiert nach Versuch 6 glatt mit dem Öl unter  $Cl$ -Abspaltung, wodurch es selbst wieder in wahrscheinlich sehr reaktives Eisen umwandelt, das leicht zu  $Fe_2O_3$  oxydiert.

Weiter fiel bei den Versuchen die ziemlich starke Bildung von Kohle und besonders von asphaltösen Produkten bei Destillation der Extraktphase auf (insgesamt etwa 0.2 %/St. auf anwesendes Öl). Dies könnte bei längerer Destillation zu Schwierigkeiten Anlass geben wegen auftretender Verschmutzung der ersten Säule. Wir werden darauf also auch weiterhin achten müssen.

Bei der semitechnischen Apparatur erhoben sich Schwierigkeiten in der ersten Säule. Diese konnte nicht vakuumdicht gemacht werden, sie leckte immer mit grosser Geschwindigkeit. Mit Rücksicht auf die bei den Zersetzungsversuchen gefundenen Ergebnissen wurde deshalb beschlossen die erste Säule zu entfernen und durch die der neu zu bauenden Anlage zu ersetzen. Diese Säule wird in einigen Wochen fertig sein.

#### b) Extraktion.

Keine Versuche angestellt. Extraktionsapparatur ist vollkommen revidiert und gebrauchsfertig.

11-B-2.

QUALITÄTS- UND AUSBEUTESTEIGERUNG  
VON HOCHWERTIGEN SCHMIERÖLEN DURCH  
PERKOLATION ÜBER SELEKTIVEN ADSORP-  
TIONSMITTELN.

SCHMIERÖL-RAFFINAGE DURCH PERKOLATION ÜBER BAUXIT.

1. UNTERSUCHUNGSTHEMA:

Versuche über das adiabatisch bzw. isothermisch verlaufende Regenerationsverfahren.

Da der Technische Dienst zu sehr beschäftigt war, kam die neue Perkolationsapparatur (siehe Monatsbericht Nr. 5, Seite 18) noch nicht ganz fertig.

2. UNTERSUCHUNGSTHEMA:

Verschiedene ergänzende Untersuchungen in der kleinen Laboratoriumsapparatur.

Inzwischen wurden im alten Apparat die bereits erwähnten Programmpunkte:

- a) Einfluss der Öldurchführungsgeschwindigkeit
- b) Regenerierung des Bauxits mit einer Mischung von Luft und Rauchgas

weiter untersucht.

ZUSAMMENFASSUNG DER UNTERSUCHUNG:

- a. Über unseren normalerweise benutzten Bauxit kann die Durchführungsgeschwindigkeit des zu perkolierenden Altöls auf 44 g/cm<sup>2</sup>.h (0.94 kg/kg.h) verdoppelt werden, ohne dass dabei der Verlauf von Farbe oder Verseifungszahl während der Perkolation nennenswert verschlimmert.

Bei einer Verdreifachung der Geschwindigkeit (66 g/cm<sup>2</sup>.h = 1.40 kg/kg.h) wird aber die Farbe der ersten Perkolatfraktionen schon bestimmt dunkler als in den vorigen Fällen. Obgleich die Verseifungszahl nicht ansteigt, sind wir der Meinung, dass die Verschlechterung der Farbe die Durchführungsgeschwindigkeit auf etwa 50 g/cm<sup>2</sup>.h (etwa 1 kg/kg.h) beschränkt.

Nebenbei können wir noch darauf hinweisen, dass diese Versuchsreihe mit einer einzigen Bauxitfüllung ausgeführt wurde. Insgesamt wurden 15 Perkolierungen mit dieser Füllung bewerkstelligt, alle mit nachträglicher Regeneration. Während der ganzen Serie konnte kein Rückgang der Aktivität des Bauxits beobachtet werden! Dieses heisst, dass insgesamt für die Reinigung des Altöls maximal nur etwa 2.5 bis 3 % Bauxit (berechnet auf Altöl) "verbraucht" wurden.

b. Einige orientierende Versuche, bei denen die Wiederbelebung des Bauxits mit einem Gemisch von Luft und Rauchgasen ausgeführt wurde, ergaben eine auch nach zwei Regenerierungen noch konstant gebliebene Aktivität.

Wir haben also den Eindruck, dass Rauchgasen bestimmt nicht derselbe unerwünschte Effekt zugeschrieben werden muss, als sich früher für eine Zugabe von Wasserdampf herausgestellt hat.

In unserer "adiabatischen" Perkolierungssäule (noch im Bau) werden wir die Regenerierung mit Hilfe von Rauchgasen als Kühlgas noch eingehend untersuchen.

#### GEPLANTE UNTERSUCHUNG:

Im Zusammenhang mit den im hiesigen Laboratorium über die Bauxit-Perkolation geführten Diskussionen, wird jetzt ein Destillatöl gesäuert und mit Kalk und Erde neutralisiert. Dabei wird so wenig Erde zugegeben, dass wohl eine Entsäuerung, aber keine Entfärbung stattfindet. Das neutralisierte Öl wird darauf als Grundstoff für Perkolierungsversuche gebraucht werden.

Aussordem wollen wir Versuche mit  $\text{NH}_3$ -neutralisierten gesäuerten Ölen anstellen.

11-B-3.

#### VERBESSERUNG VON EXTRAKTIONSVERFAHREN.

In der Berichtsperiode wurden keine Untersuchungen vorgenommen.

11-B-4.

#### KONSTITUTIONSERMITTLUNG VON MINERALÖLEN DURCH SPEKTRALANALYSE.

##### 1. Raman-Analyse.

In der Berichtsperiode wurde an der Raman-Analyse eines Alkylierungsproduktes gearbeitet, worüber zu gelegener Zeit bei der betreffenden Alkylierungsuntersuchung (unter 11-B-14) berichtet wird, und an Raman-Analysen für den Rhenania Arbeitsplan, wofür auf die Rhenania Monatsberichte verwiesen sei.

Es lag kein Anlass vor zur Arbeit, die besonders die Verbesserung der Analysenmethodik an sich bezweckt und worüber hier zu berichten wäre...

## 2. Chemisch-analytische Spektrographie.

Siehe unter F, Seite 51 dieses Berichtes.

II-B-5.

### MESSUNG VON GAS-FLÜSSIGKEITSGLEICHGEWICHTEN.

#### Gas-Flüssigkeitsgleichgewichte von Kohlenwasserstoff-Schwefeldioxyd-Gemischen.

Ausarbeitung der bisher im Schrifttum und aus eigenen Versuchen gefundenen Daten ergab, dass für eine gute Übersicht des Verlaufs der  $\text{SO}_2$ -Löslichkeit in Kohlenwasserstoffgemischen nicht nur Messungen bei etwa 6 Atm., sondern auch bei etwa  $\frac{1}{2}$  Atm. erwünscht sind.

In Erwartung der Bereitstellung der 6 Atm.-Apparatur fingen wir inzwischen an mit den Messungen bei  $\frac{1}{2}$  Atm. in der bereits früher benutzten Glasapparatur (siehe Monatsbericht Nr. 3). Diese Messungen sind noch im Gange.

II-B-6.

### STUDIUM ZUR HERSTELLUNG HOCHWERTIGER SCHMIERFETTE UNTER BERÜCKSICHTIGUNG DES EINFLUSSES DER KOMPONENTEN UND DER ARBEITSBEDINGUNGEN.

Die im vorigen Monatsbericht unter A und B erwähnten Versuche werden fortgesetzt. Die Ergebnisse werden wahrscheinlich für den nächsten Monatsbericht fertig sein.

## C. Kolloidchemische Untersuchung.

Rheologisches Verhalten konsistenter Fette.

Neben der Untersuchung mit dem Plastometer haben wir zur Orientierung über die Höhe der Fließgrenze den nachfolgenden Versuch mit einer Reihe Fette ausgeführt:

Ein Fett wird zwischen zwei horizontale parallele Metallscheiben gebracht. Die obere Scheibe wird mit einem Gewicht belastet. Das Fett wird dadurch zwischen den Scheiben hinausgepresst bis die Schubspannung im Fett die Fließgrenze erreicht hat. Man kann ableiten, dass dann für die Gleichgewichtslage die folgende Formel gilt:

$$\text{Fließgrenze} = \frac{3}{2} \frac{P \cdot h}{\pi R^3}$$

in dem P = die Belastung auf der oberen Scheibe,  
h = die Entfernung der Scheiben in der Gleichgewichtslage und  
R = der Strahl der Scheiben.

Es wurde gefunden:

ZAHLENTAFEL 2.

Art Fett	Pen. ASTM	Fließgrenze
FA 1	etwa 310	2 g/cm <sup>2</sup>
F 1	260	10 "
F 2	220	25 "
F 3	180	40 "
FD 3	140	60 "
FE 3	70	80 "

Man findet also eine gewisse Parallelität zwischen Penetration und Fließgrenze. Weitere Schlussfolgerungen lassen sich aus diesem beschränkten Material vorläufig nicht ziehen.

TT-B-7.

ENTWICKELN VON ANALYSEMETHODEN  
FÜR KOHLENWASSERSTOFFGEMISCHTE  
AUS DEM SCHMIERÖLGEBIETE; GRUPPEN-  
ANALYSE UND STRUKTURANALYSE ZUR  
AUFKLÄRUNG DER CHEMISCHEN KONSTITUTION VON SCHMIERÖLEN.

1. Sammlung repräsentativer Erdölfraktionen.

Auch im vergangenen Monat konnten nur zwei Fraktionen des Miri-Oles hydriert werden, da unsere (durch Krankheit dezimierte) Hydrier-Abteilung überwiegend mit Arbeiten für die Rhnania beschäftigt war. Es sind nun noch zwei oder drei Miri-Fraktionen zu hydrieren um die ursprünglich geplanten Fraktionierungs- und Hydrierungsarbeiten zur Herstellung einer Sammlung repräsentativer Erdölfraktionen zu beenden. Nur die Destillationsrückstände stehen dann noch unbearbeitet.

- (2. Exakte Gruppenanalyse der Erdölfraktionen.  
 {3. Prüfung und Verbesserung der Waterman-Ringanalyse.

Die Arbeiten zur genauen Elementaranalyse der völlig entaromatisierten Fraktionen sind jetzt beendet, mit Ausnahme von vier Fraktionen des Miri-Oles, die noch nicht zur Verfügung stehen.

Auf grund dieser Elementaranalysen lässt sich jetzt der Zusammenhang zwischen Wasserstoffgehalt und spezifischer Refraktion sehr genau kontrollieren. Folgendes hat sich herausgestellt:

- a) Es gibt eine lineare Beziehung zwischen Wasserstoffgehalt und spezifischer Refraktion für alle untersuchten, völlig entaromatisierten Öle, unabhängig davon, ob die endgültige Entaromatisierung durch Sulfonierung oder durch sehr gründliche Hydrierung der auf normale Weise hydrierten Fraktionen erreicht worden ist.
- b) Für aromatifreie Öle ist es möglich den Wasserstoffgehalt aus der spezifischen Refraktion abzuleiten mit einer Genauigkeit von etwa 0.05 %.
- c) Die jetzt gefundene lineare Beziehung zwischen Wasserstoffgehalt und spezifischer Refraktion weicht etwas ab von der von Waterman auf Grund der Eisenlohr'schen Atomrefraktionen angegebenen Beziehung. Für stark cyclische Öle ist der Unterschied gering; für paraffinische Öle ist er sehr merklich.

Die Elementaranalysen der nicht-hydrierten und der partiell-hydrierten Fraktionen werden noch fortgesetzt.

4. Strukturanalyse der im Erdöl vorkommenden Kohlenwasserstoffe.

- a) Der vorläufig hergestellte Quecksilberschluss der Strömungsdoppelbrechungsapparatur wurde untersucht und funktionierte bei 1400 Touren pro Minute sehr befriedigend. Der Bau der Apparatur ist nun in Angriff genommen, aber wird bestimmt viele Monate fordern.
- b) Fortgesetzte Messungen zur Vorbereitung einer chromatographischen Analysenmethodik für Schmierölkohlenwasserstoffe stellten heraus, dass die von uns bis jetzt benutzten Aluminiumoxydpräparate für den genannten Zweck unbrauchbar waren: keines dieser Präparate war imstande einen wesentlichen Unterschied zwischen den Auswaschkurven von Hexatriakontan und Dicetylbenzen darzustellen. Für die Fortsetzung dieser Untersuchung wäre es daher nötig neue Adsorbentia herzustellen, was eine umfangreiche Menge Arbeit mit sich bringen würde. Wir studieren jetzt die Frage welche Eigenschaften der Adsorbentia für unseren Zweck an

erster Stelle von Bedeutung sein können, und ob wir in diese Richtung überhaupt fortfahren werden, in Anbetracht der nicht hoffnungsvollen Aussichten.

- c) Zur Bestimmung der Oberflächenspannung von Ölfractionen ist die stalagmometrische Methode allerdings gut brauchbar; sie ist aber zeitraubend und ziemlich schwierig ausführbar. Die Methode von Sugden gibt für viskose Öle unbefriedigende Resultate. Auch die Methode von Picon & Mangeot (siehe vorigen Monatsbericht, Seite 17) konnte uns nicht befriedigen. Wir haben nun die Ringmethode von Cenco - du Noüy an einigen Ölen ausprobiert, und bekamen bei Zimmertemperatur gute Resultate. Diese Untersuchungen werden noch fortgesetzt werden.

11-B-8.

VORHERSAGUNG ÜBER SPALTEIGNUNG VON  
MINERALÖLEN AUF GRUND GEWISSEY PHY-  
SIKALISCHER KONSTANTEN.

Die experimentellen Arbeiten über die "Kennziffer" von etwa 50 Erdölfractionen und deren Zusammenhang mit anderen physikalischen Grössen sind beendet. Ein zusammenfassender Bericht ist in Vorbereitung und wird wahrscheinlich im nächsten Monat fertiggestellt werden.

11-B-9.

VERBESSEYUNG VON PHYSIKALISCHEN  
TRENNMETHODEN FÜR KOHLENWAS-  
SERSTOFFE AUS DEM BENZINGEBIETE.

1. Entwicklung von Rektifikationsanlagen für den  
Laboratoriumgebrauch.

Im Julibericht (Nr. 4, Seite 21) erwähnten wir die Konstruktion einer neuen 1 Meter Fenske-Säule, deren Füllkörperschicht zweimal unterbrochen war durch eine "Düse" zur Zentrierung der herabströmenden Flüssigkeit. Bei orientierenden Versuchen zeigte es sich, dass die Bodenzahl durch diese Unterbrechungen beträchtlich gesteigert wird. Die örtliche Flüssigkeitslenkung hat wahrscheinlich eine bessere Verteilung und infolgedessen eine erhöhte Austauschwirkung hervorgerufen.

Weitere Versuche wurden angestellt in einer Kolonne von 2 cm Durchmesser mit acht Füllkörperschichten von je 11.5 cm Länge; die totale Säulehöhe war ebenfalls 1 Meter. Der sich an die Wand anhäufende Rücklauf wurde durch diese Anordnung wiederholt nach dem Innern der Packung zurückgeführt.

Die Bödenzahlbestimmungen wurden mit dem System n-Heptan-Methylcyclohexan vorgenommen. Die bei wechslender Belastung und totalem Rücklauf erhaltenen Resultate sind in der folgenden Tafel gesammelt.

ZAHLENTAFEL 3.

Rücklauf, Liter/Stunde	Bödenzahl
1.30	43.0
1.27	42.6
1.31	42.3
0.86	45.0
0.83	47.2
0.79	51.9
0.32	69.8
0.20	75.2
0.13	99.2

Die Säule hat also einen überraschend grossen Belastungsbereich: Stauung fängt erst bei einem Rücklauf von etwa 1.5 l/h an. Bei abnehmender Belastung wächst die Bödenzahl zunächst nur wenig, jedoch wurden im Gebiete der niederen Belastungen hohe Werte gefunden. Hier tritt also ein grundsätzlicher Unterschied mit den an der 3 Meter Fenske-Kolonne erhaltenen Resultaten zutage.

Weiter ist zu beachten, dass die maximalen Bödenzahlen bei den hohen Belastungen schnell erreicht werden, während die Einstellung der stationären Lage bei den niedrigen Belastungen nur träge vor sich geht. Es versteht sich, dass auch bei dieser Säule die Resultate von dem Benetzungszustand der Füllkörper abhängig sind. Bei der oben ausgeführten Serie Experimente wurde die Belastung jedesmal herabgesetzt. Durchläuft man den Bereich in entgegengesetzter Richtung mit einer kleinen Belastung als Ausgangspunkt, dann werden zu niedrige Bödenzahlen gefunden, weil die optimalen Benetzungsverhältnisse in dieser Weise nicht zu erreichen sind.

Wir haben jetzt das Vornehmen in einem speziellen Apparat die charakteristischen Eigenschaften von Füllkörperschichten eingehender zu studieren. Im nächsten Bericht hoffen wir darüber Einzelheiten geben zu können.

ERHÖHUNG DES KLOPFWERTES VON  
KRAFTSTOFFEN DURCH ISOMERISA-  
TION UND DEHYDRIERUNG.

1. UNTERSUCHUNGSTHEMA:

Katalytische Entschwefelung von Gasen.  
Nachdem sich an einigen Versuchen mit Leuchtgas, dem etwa 170 mg Thiophen-Schwefel pro m<sup>3</sup> zugesetzt wurden, herausgestellt hatte, dass mit unserem Norit-Alkali-Katalysator bei 400° C nur während einiger Stunden eine befriedigende Entschwefelung erzielt werden kann, sollten einige weitere Versuche bei höherer Temperatur ausgeführt werden.

ZUSAMMENFASSUNG DER UNTERSUCHUNG:

Während bei 400° C nur Adsorption des Thiophens an dem Norit stattfindet und der Schwefel noch keineswegs chemisch gelockert wird, fanden wir bei 500° C eine deutliche chemische Reaktion des Thiophens.

Während 25 Arbeitsstunden enthielten die über den Katalysator geführten Gase nur noch weniger als 10 mg S pro m<sup>3</sup>; nach dieser Periode stieg der Schwefelgehalt schnell an, so dass zur Regenerierung des Kontaktes übergangen werden musste.

Obgleich diese Ergebnisse in technischer Hinsicht noch nicht sehr befriedigend sind, beweisen sie jedenfalls, dass unser Katalysator prinzipiell auch zu Konvertierung von Thiophen imstande ist. Unsere Patentanmeldung wird dementsprechend ergänzt werden.

GEPLANTE UNTERSUCHUNG:

Wir sind im Begriff einige vergleichende Entschwefelungsexperimente anzustellen mit dem Bauxit-Katalysator der Phillips Petroleum Cy. (Perco Process). Wenn die Ergebnisse ebenso günstig sind wie die neulich veröffentlichten Literaturdaten suggerieren, hat es u.E. wenig Zweck weitere Arbeit auf den Norit-Kontakt zu verwenden und werden wir diese Untersuchung abschließen.

2. UNTERSUCHUNGSTHEMA:

Hydroformen mit dem Amsterdamer Katalysator.

Der semitechnische Dauerversuch mit unserem Hydroformkatalysator wurde fortgesetzt.

ZUSAMMENFASSUNG DER UNTERSUCHUNG:

Der Dauerversuch wurde so lange fortgesetzt als unser Vorrat Rohmaterial, Irak Heavy Naphtha 140-200, ausreichte. Dieser war nach 456 Reformierungsstunden und 210 Wiederbelebungsstunden erschöpft. Aus diesen Daten stellt sich deutlich das im Durchschnitt sehr günstige Verhältnis der Regenerierungszeit und Produktionszeit heraus.

Der Katalysator wurde ferner aus dem Reaktor genommen und im Laboratoriumsapparat geprüft: die mechanische Konstitution der Tabletten war noch sehr gut, die Aktivität erwies sich als ungefähr 15 % niedriger als beim frisch bereiteten Kontakt. Mit Rücksicht auf die Tatsache, dass das Rohmaterial 0.15 % Schwefel enthielt und vorher nicht entschwefelt wurde, betrachten wir diesen Rückgang der Aktivität noch als sehr günstig.

GEPLANTE UNTERSUCHUNG:

Der Dauerversuch wird mit demselben Katalysator mit einem anderen Rohmaterial kontinuieriert werden, nämlich mit Iranian Heavy Gasoline. Dieses persische Benzin ist aber so schwefelreich (0.9 %), dass wir unseren Katalysator nicht der Kraftprobe zu unterwerfen wagen das Benzin als solches zu reformieren. Wir sind deshalb im Begriff eine Entschwefelungsbehandlung des Iran Benzins auszuführen, bei der wir sowohl mit dem Norit-Kontakt als mit einem Bauxit-Katalysator arbeiten werden, damit eine indirekte Vergleichung der beiden Verfahren möglich wird.

11-B-11.

BERECHNUNG DER GRUNDLAGEN FÜR DIE  
 ÜBERTRAGUNG CHEMISCHER REAKTIONEN,  
 INSBESONDERE KATALYTISCHER REAK-  
 TIONEN, VOM LABORATORIUM IN DIE  
 PRAXIS.

1. UNTERSUCHUNGSTHEMA:

Messapparatur für Strömungswiderstand und Wärmeübertragung.

Bei Versuchen mit nichtgefüllten Röhren kamen wir zu der Folgerung, dass die Divergenz zwischen unseren Ergebnissen und den Voraussagungen der Berechnungen Chilton & Colburns zusammenhängt mit dem Auftreten einer Gasstauung am Rohrende, gerade dort, wo der Differentialdruck der Strömung gemessen wird.

Nachdem wir das Rohr um die fünffache Länge des Diameters verlängert hatten, könnte man erwarten, dass an der unteren Anschlussstelle des Differentialmanometers keine Gasstauung mehr stattfindet, so dass der Differentialdruck richtig gemessen werden sollte.

#### ZUSAMMENFASSUNG DER UNTERSUCHUNG:

Bei der Nachprüfung des neu-konstruierten Apparates wurden diese Erwartungen vollständig bestätigt.

Bei Versuchen mit ungefülltem Rohr wurde jetzt ein positiver Druckfall gemessen; Messungen mit einer Füllung/zylindrischen Tabletten (5 x 5 mm) ergaben Werte, die sich sehr gut an die Messdaten der genannten amerikanischen Untersuchung anschlossen.

#### GEPLANTE UNTERSUCHUNG:

Die Abwandlung der Röhrenkonstruktion bringt Konsequenzen in Bezug auf die Temperaturmessung der ein- und ausströmenden Gase mit sich. Wir werden also nun diesen Punkt, welcher die Messung des Wärmedurchgangskoeffizienten beherrscht, näher zu untersuchen haben.

#### 2. UNTERSUCHUNGSTHEMA:

Studium der Wärmewirtschaft und des Reaktionsverlaufs bei zonären katalytischen Reaktionen.

Nachdem an Hand von Messungen des Temperaturverlaufs im Innern des Katalysators und an der Wand des Reaktors die Wärmeproduktion bei der Umsetzung von Methanol in Formaldehyd in axialer Richtung von Stelle zu Stelle geschätzt wurde, haben wir - wie schon berichtet - einige Versuche ausgeführt, wobei Muster der Reaktionsgase an verschiedenen Stellen aus dem Reaktor gezogen wurden.

#### ZUSAMMENFASSUNG DER UNTERSUCHUNG:

Diese Versuchsreihe, zur Vermeidung von "Kanalbildung" nicht mit Silberdrahtnetz sondern mit feinkörnigem Bimsstein-Silber-Kontakt ausgeführt, wurde nun fortgesetzt. Dabei konnte eindeutig festgestellt werden, sowohl an Hand einer chemischen Analyse der kondensierten Produkte wie an Hand einer Berechnung, basiert auf dem Sauerstoff- und Wasserstoffgehalt der Gase, dass im Gebiet zwischen Temperaturmaximum und etwa 5 mm hinter dem Maximum die Reaktion noch nicht vollständig verlaufen ist, während dies etwa 15 mm hinter dem Maximum sicher wohl der Fall ist.

Anschliessend wurde nun auch festgestellt, dass mit einer Katalysatorfüllung von nur 4 cm Länge anstatt der üblichen Füllung von 10 cm Länge genau derselbe Umsetzungsgrad erzielt werden konnte.

#### GEPLANTE UNTERSUCHUNG:

Weil es unwahrscheinlich scheint, dass man mit Silberdrahtnetz überhaupt Kanalbildung vermeiden kann, werden wir noch untersuchen ob man vielleicht mit Körnchen metallischen Silbers eine gleichartige Umsetzung und Temperaturkurve erhalten kann wie mit dem Drahtnetz. Wenn dies der Fall ist, wird es interessant sein auch noch einige Analysenversuche mit solchem Körnchenkatalysator zu machen. Damit wird diese Untersuchung dann vorläufig beendet werden.

11-B-12.

### PHYSIKALISCH-CHEMISCHE UNTERSUCHUNGEN ÜBER KATALYSE UND KATALYSATOREN.

#### 1. UNTERSUCHUNGSTHEMA:

Messung der Oberfläche von Kupfer-Magnesiumoxyd-Katalysatoren.

#### ZUSAMMENFASSUNG DER UNTERSUCHUNG:

Es wurden die Oberflächen gemessen von sieben verschiedenen Cu-MgO Katalysatoren mit Zusammensetzungen im Bereiche des früher (Monatsbericht Nr. 4) gefundenen Optimums der Oberfläche. Die Ergebnisse waren jedoch ganz unklar: sämtliche Präparate zeigten fast dieselbe Grösse der Oberfläche und zwar eine solche die nur etwa die Hälfte des früher gefundenen Wertes war! Die Präparate waren wohl nach der gleichen Bereitungsvorschrift, aber von einem anderen Experimentatoren hergestellt worden als die frühere Serie. Analyse der neuen Katalysatoren zeigte, dass diese teilweise auch nicht die beabsichtigte Zusammenhang hatten, eine Tatsache die jedoch nicht ausreichte um die Unterschiede in der Grösse der Oberfläche zu erklären.

#### GEPLANTE WEITERE UNTERSUCHUNG:

Wir werden nochmals eine kleine Serie Präparate herstellen unter peinlichst genau definierten Umständen und versuchen festzustellen, ob die Oberflächenentwicklung empfindlich ist gegen bestimmte kleine Abänderungen in der Bereitungsweise.

2. UNTERSUCHUNGSTHEMA:

Versuche über katalytische Aktivität von Kupfer-Magnesiumoxyd-Katalysatoren.

ZUSAMMENFASSUNG DER UNTERSUCHUNG:

Infolge Erkrankung eines Mitarbeiters konnten wir die geplanten Aktivitätsbestimmungen während der Berichtsperiode nicht weiterführen. Wir machten jedoch einige Versuche im Autoklav um die früher (Monatsbericht Nr. 5) gefundene Tatsache, dass höhere Olefine nur schwierig hydriert werden, näher zu untersuchen. Es könnte nämlich sein, dass die Ursache dafür folgende wäre: Das höhere Olefin könnte so stark vom Katalysator adsorbiert werden, dass die Katalysatoroberfläche für den Zutritt von Wasserstoff gesperrt wäre und dass infolgedessen die Hydrierung bei niedrigem Wasserstoffdruck nicht und bei höherem Wasserstoffdruck nur langsam verlief, wie wir früher experimentell auch fanden. Um diese Hypothese näher zu prüfen, wurde nun die Hydrierung von Propen (2-3 Atm.) mit Wasserstoff (etwa 10 Atm.) im Autoklav untersucht und zwar wurden 2 cm<sup>3</sup> verschiedener höherer Kohlenwasserstoffe zuvor zum Katalysator zugegeben um festzustellen, ob diese die Hydrierung des Propens selektiv hemmten. Als Kriterien der Hemmung dienten dabei erstens die "Inflektionstemperatur" (d.h. die Temperatur bei welcher während dem allmählichen Anheizen der Totaldruck zu sinken anfängt) zweitens das Verhältnis Olefin im Gas nach Ende des Versuches. Paraffin

Das Ergebnis zeigt folgende Tabelle.

ZAHLENTAFEL II.

Hydrierung von Propen (2-3 Atm.) mit Wasserstoff (± 10 Atm.) an Cu-MgO (1 g) in Gegenwart verschiedener Kohlenwasserstoffe.

Zugesetzter Kohlenwasserstoff	Inflektionstemp. °C	Höchste Temp. bei Hydrierung °C	Analyse des Endgases		Verhältnis Olefin/Paraffin
			Olefin Vol. %	Paraff. Vol. %	
keiner	74	100	0.3	28.5	0.01
n. Hexen-1	128	152	2.4	43.6	0.05
n. Hepten-1	124	150	2.9	23.5	0.12
n. Hepten	120	136	2.5	40.4	0.06
Cyclohexen	138	180	2.1	45.0	0.05
Cyclohexan	124	153	2.9	66.0	0.04
Benzen	108	140	0.8	30.5	0.03
2.3 Dimethylbuten-2	92	125	2.6	36.3	0.07

Obwohl alle zugesetzte Kohlenwasserstoffe die Hydrierung etwas hemmen, ist von einer besonderen Wirkung der Olefine gar keine Rede, und es bleibt somit noch unklar weshalb höhere Olefine sich so viel schwieriger über unsere Kontakte hydrieren lassen als niedrig molekulare Olefine.

#### GEPLANTE WEITERE UNTERSUCHUNG:

Fortsetzung der geplanten Aktivitätsmessungen sobald dies möglich ist.

#### 3. UNTERSUCHUNGSTHEMA:

Die röntgenographische Untersuchung von Kupfer-Magnesiumoxyd-Katalysatoren.

#### ZUSAMMENFASSUNG DER UNTERSUCHUNG:

Während der Berichtsperiode wurde der elektrische Teil unserer Röntgenapparatur einer eingehenden Revision unterworfen, welche nach mehrjährigem Betrieb nötig geworden war. Die eigentliche Untersuchung konnte deshalb zeitweilig nicht fortgesetzt werden.

#### 4. UNTERSUCHUNGSTHEMA:

Adsorptionsmessungen bei höheren Temperaturen an Kupfer-Magnesiumoxyd-Katalysatoren.

#### ZUSAMMENFASSUNG DER UNTERSUCHUNG:

Die im vorigen Bericht erwähnten Messungen der aktivierten Adsorption an einem Cu-MgO (1:4) Katalysator wurden dupliziert und zugleich wurde etwas näher festgestellt wo das Maximum der aktivierten Adsorption liegt. Es stellte sich heraus, dass die grösste Wasserstoffadsorption bei etwa 60° C auftritt.

Mittels Oberflächenmessungen wurde weiter untersucht, ob sich die Oberfläche der reduzierten Katalysatoren nicht störend ändert während der Messungen der aktivierten Adsorption. Dabei wurde gefunden, dass zwar eine gewisse Abnahme der Oberfläche eintreten kann, doch dass diese nicht mehr als 10 % des gesamten Wertes beträgt.

#### GEPLANTE WEITERE UNTERSUCHUNG:

Die Messungen werden fortgesetzt, auch an Katalysatoren mit anderem Cu : MgO Verhältnis.

II-B-13.

AUFBAUREAKTIONEN DURCH PHOTO-CHEMISCHE ENDSTÄNDIGE ANLAGERUNG VON HALOGENWASSERSTOFF AN OLEFINE.

Für einen Kostenvergleich zwischen der "peroxydischen" und photochemischen HBr-Anlagerung an Allylchlorid war es, wie voriges Mal erwähnt, erwünscht zu prüfen inwiefern "natürliche" Peroxyde, die bei Kontakt von Allylchlorid mit Luft entstehen, brauchbar sind. Bei der vorhergehenden Untersuchung hatte sich bereits ergeben, dass Allylchlorid, das längere Zeit mit Luft in Kontakt gewesen war, mit HBr eine spontane Reaktion gab.

Es wurde nunmehr bestimmt wie lange Allylchlorid mit Luft in Kontakt gewesen sein muss und wieviel Peroxyd für eine vollständige Reaktion benötigt ist.

Es stellte sich heraus, dass in  $\frac{1}{4}$  Stunde mit Luft geschütteltem Allylchlorid nach 8 Tagen genügend Peroxyd entstanden ist zur Einleitung einer spontanen Reaktion mit HBr. Die Peroxydmenge entsprach dann 17.6 mg aktivem Sauerstoff pro Liter.

Analyse des erhaltenen Produktes:

Allylchlorid	)	6 Gew.%
1. 2-Cl-Br-Propan	)	
1. 3-Cl-Br-Propan	91	" "
Polymer	3	" "

Mit diesem Ergebnis sind sämtliche Daten für den Bericht über diese ganze Untersuchung gesammelt, so dass dieser Bericht binnen sehr kurzem fertig sein wird.

Es wurde angefangen mit Versuchen betreffend die HCl-Anlagerung an Allylchlorid in einer Strömungsapparatur.

II-B-14.

GRUNDLEGENDE UNTERSUCHUNGEN AUF DEM GEBIET INDUZIERTER KETTENREAKTIONEN ZUR BEREITUNG HOCHWERTIGER BENZINE, SCHMIERÖLE ODER CHEMISCH-INDUSTRIELLER ERZEUGNISSE.

In der Berichtsperiode wurden wieder eine Anzahl Stoffe als Kettenanreger für die Polymerisation von Propen bei etwa 250 Atm. und 300° C geprüft. Die Stoffe, welche eine höhere Anregerausbeute als 40 besaßen, sind in untenstehende Tabelle zusammengestellt. Die Anzahl Radikale die pro Molekül entstehen

könnte, wurde (ausser für das Bleitetraäthyl) mit eins gleichgestellt.

ZAHLENTAFEL 5.

Anreger	Rad./Mol.	Anregerausbeute
Mesityloxim	1	78
Isonitrosocyanessigsäure Äthylester	1	58
Acetoxim	1	77
Mesitylnitrimin	1	48
Bleitetraäthyl	4	75

Das Bleitetraäthyl wurde aufs neue geprüft und zeigte eine höhere Anregerausbeute als anfangs gefunden wurde. Aus den bis jetzt erhaltenen Ergebnissen dieser Untersuchung bekommt man den Eindruck, dass die höchst erreichbare Anregerausbeute etwa 100 beträgt. Es kommt uns nicht unwahrscheinlich vor, dass diese Höchstanregerausbeute eine durchschnittliche Kettenlänge der Propenpolymerisation ist und dadurch von der Beschaffenheit des Anregers unabhängig ist, vorausgesetzt dass dieser unter den Reaktionsbedingungen völlig zergliedert und dabei freie Radikale abtrennt. Die experimentell gefundene Anregerausbeute sollte dann nur ein Mass für die Zergliederung des Anregers in freie Radikale sein.

Um diese Voraussetzung zu prüfen haben wir mit der Bestimmung der Anregerausbeute verschiedener guter Anreger bei der Polymerisation von Äthen angefangen.

Im Rahmen der Untersuchungen betr. die Beeinflussung der Anregerausbeute eines und desselben Anregers durch Zusatz von Verunreinigungen und durch Abänderung der Art und der Grösse der Wandoberfläche, führten wir einige Versuche aus, bei denen der Reaktionsmischung fremde Stoffe mit einer grossen Oberfläche zugesetzt wurden. Die Resultate dieser Versuche sind in die nachfolgende Tabelle zusammengestellt, in der die Abnahme der Anregerausbeute pro m<sup>2</sup> zugängliche Oberfläche angegeben ist.

ZAHLENTAFEL 6.

Stoff	Abnahme der Anregerausbeute, per m <sup>2</sup> erreichbare Oberfläche.
Terrana	0.52
Kieselguhr	0.64
Eisenpulver	0.40
Gasruss	0.12
Glasscherben	33 (berechnet auf die geometrische Oberfläche)

Aus diesen Daten ist ersichtlich, dass die Abnahme der Anregerausbeute für Terrana, Kieselguhr und Eisenpulver von ungefähr derselben Grösse ist. Gasruss hat einen kleineren Einfluss, während Glasscherben einen bedeutend grösseren Einfluss auf das Abbrechen der Ketten haben.

Da Gasruss ein Stoff ist, der bei der Polymerisationsreaktion auch meistens in kleinen Mengen entsteht, wurden noch einige Versuche ausgeführt, bei denen die Abnahme der Anregerausbeute von Bleitetraäthyl als Funktion der zugesetzten Menge geprüft wurde. Wir fanden einen fast linearen Verlauf, von 75 ohne Zugabe von Gasruss, bis 0 bei 12 g (auf 250 g Propen und 1 g Bleitetraäthyl).

11-B-15.

UNTERSUCHUNG NACH DER KORROSIVEN WIRKUNG VON ERDÖL-NAPHTHENSÄUREN AUF METALLE.

UNTERSUCHUNGSTHEMA:

Korrosion von Aluminium durch Naphthensäure.

Es war eine gasometrische Bestimmung von Al neben Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub> entwickelt um den Fortgang der Korrosion von Aluminium quantitativ feststellen zu können. Es war nun eine Anzahl korrodierte Al-Stäbchen nach dieser Methode zu prüfen.

ZUSAMMENFASSUNG DER UNTERSUCHUNG:

Die Bestimmungen von Al neben Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub> an den bereits korrodierten Stäbchen sind noch nicht beendet. Es wurden jetzt hauptsächlich Versuche mit echtem Silumin durchgeführt (Zusammensetzung 12.1 % Si, 0.49 % Fe, 0.13 % Mn, Cu nicht anweisbar, Rest Aluminium).

Bei 4 Versuchen mit einer Korrosionszeit zwischen 100 und 300 Stunden wurde in Lösungen von Gasölnaphthensäuren in Paraffinöl P 34 ein merklicher Angriff erhalten. Die Säurezahl des Ols war auf einen Wert 10 eingestellt. Quantitative Werte können erst gegeben werden sobald auch mit diesen Stäbchen Oxydbestimmungen ausgeführt worden sind.

Auch wurde gefunden, dass V 1 m Stahl, der von Kerosinnaphthensäuren, in Paraffinöl gelöst (Säurezahl Öl 20), angegriffen wurde (in 211 Stunden bei 300°), nicht durch Gasölnaphthensäuren in Paraffinöl (Säurezahl Öl 20) angegriffen wurde (in 306 Stunden bei 300° C).

#### GEPLANTE UNTERSUCHUNG:

Fortsetzung der quantitativen Bestimmungen von  $Al_2O_3$  neben Al.

11-B-16.

#### GASANALYSE DURCH VERDAMPFUNG IM HOCHVAKUUM.

Anschliessend an die im vorigen Monatsbericht erwähnten Untersuchungen zur analytischen Bestimmung von  $C_2-C_4$  Gemischen mittels Verdampfung im Hochvakuum haben wir jetzt die Trennungen  $C_1-C_2-C_3$  und  $C_1-C_2-C_3$  untersucht.

Beim Hochvakuum unserer Diffusionspumpe ist die Verdampfungsgeschwindigkeit des in flüssigem Stickstoff kondensierten Äthans und Äthylens noch so gross, dass die bei der Analyse in Betracht kommenden Mengen in ziemlich kurzer Zeit völlig abgepumpt werden können. Methan wird momentan abgepumpt; Propan bleibt völlig kondensiert, so lange die Temperatur des flüssigen Stickstoffs (- 196° C) erhalten wird.

Da die Verdampfung des Äthylens und die des Äthans über einer grossen Strecke linear mit der Zeit verlaufen, ist es möglich durch Extrapolation nach  $t = 0$  den Übergangspunkt zwischen Methan und Äthylen, bzw. Methan und Äthan, scharf zu fixieren, und aus der Höhe des (nach völliger Verdampfung der  $C_2$ -Fraktion erreichten) Plateaus auch den Übergang zwischen  $C_2$ - und  $C_3$ -Fraktion exakt festzustellen.

Wir beschäftigen uns jetzt mit der Analyse von Äthan-Äthylen Gemischen.

II-B-17.

BEREITUNG VON STRASSENBAUBITUMINA  
AUS PARAFFINHALTIGEN BITUMINA.

Diese Versuche wurden fortgesetzt mit Mischungen von gleichen Aggregat mit Bindemitteln, die aus den früher erwähnten Bitumina indischen Ursprungs bzw. venezolanischen Ursprungs zusammengesetzt worden waren; letztere sowohl in destilliertem wie in halbgeblasenem Zustande.

Dieses Mal wurden jedoch den Bitumina statt des harten Paraffins der früheren Versuche Zoresin bzw. Weichparaffin (match wax) zugesetzt.

Diese Versuchsreihe ist noch nicht beendet, so dass die Besprechung der Ergebnisse noch einige Zeit aufgeschoben werden muss.

II-B-18.

HERSTELLUNG VON GASÖLEN AUS  
SCHWEFELREICHEN PARAFFINISCHEN  
ROHÖLEN DURCH DRUCKHYDRIERUNG.

Über diesen Gegenstand wird nicht berichtet, da keine experimentelle Arbeit ausgeführt worden ist.

II-B-19.

ANLAGERUNG VON METHAN AN ERDÖL-  
RÜCKSTÄNDE ZUR HERSTELLUNG DÜBEL-  
FLÜSSIGER PRODUKTE MIT HÖHEREM  
WASSERSTOFFGEHALT.

Über diesen Gegenstand wird nicht berichtet, da keine experimentelle Arbeit ausgeführt worden ist.

II-C.      U N T E R S U C H U N G E N  
 A U F   D E M   G E B I E T E   D E R   A N -  
 W E N D U N G E N   V O N   Ö L E R Z E U G -  
 N I S S E N .

=====

II-C-1.

IDENTIFIZIERUNG VON VERSCHMUTZUNGS-  
 PRODUKTEN IN VERBRENNUNGSMOTOREN.

Bei der weiteren Untersuchung verschiedener Arten Oxydationsschlamm wurde unsere Aufmerksamkeit auf einen sehr merkwürdigen Oxydationsschlamm gezogen, die im Öl einer Dampfturbine (Turbinenöl BA 8) einer elektrischen Zentrale gefunden wurde.

Dieser Schlamm setzte sich aus dem Öl als eine klebrige Masse ab und hatte, im Gegensatz zu dem uns bekannten Oxydationsschlamm, eine hellbraune Farbe.

Durch Verdünnung dieses Öls mit 60/80 Benzin (1 : 10) setzte sich 0.13 % dieses hellfarbigen Schlamms ab. Nach Abdampfen des Benzins und Verdünnung in Pentan (1 : 10) trennte sich noch 0.13 % ab. (Vom uns bekannten, auf hoher Temperatur erhaltenen schwarzen Oxydationsschlamm setzt sich mit Pentan, nach Behandlung mit dem 60/80 Benzin nur noch eine sehr geringe Menge ab).

Der mit 60/80 Benzin erhaltene Schlamm wurde einer näheren Untersuchung unterzogen. Es stellte sich heraus, dass die Säurezahl und die Verseifungszahl beide hoch waren, nämlich 101 und 195; das Produkt enthielt 19 % Sauerstoff, was für einen Schlamm sehr hoch ist. Dieser Sauerstoffgehalt stimmt sogar überein mit dem lackartiger Produkte, von denen sich dieser Schlamm jedoch durch seine grosse Löslichkeit unterscheidet. Er lässt sich nämlich in fast allen Lösungsmitteln leicht lösen; im Gegensatz zum schwarzen Oxydationsschlamm ist er in sauerstoffreichen Lösungsmitteln und im Gegensatz zu Lack ist er in Benzol, Tetrachlorkohlenstoff und Schwefelkohlenstoff gut löslich.

Man kann diesen Schlamm also als ein Produkt mit sehr grosser Löslichkeit betrachten.

Das Öl in dem dieser Schlamm gefunden wurde, hat eine hohe Verseifungszahl, nämlich 10.

Nach Entfernung des Benzinschlammes und des Pentanschlammes war die Verseifungszahl noch immer hoch: etwa 9.

Mit Terrana konnte nach der Methode von Päll und Suida, bei der wir Chloroform und Chloroformalkohol (1 : 1) als Waschflüssigkeiten verwendeten, noch eine beträchtliche Menge Harz erhalten werden, nämlich:

	<u>S.Z.</u>	<u>V.Z.</u>	<u>O-Gehalt</u>
4.5 % Chloroformalkohol- harz	84	159	15.4 %
4.7 % Chloroformharz	34	94	11.2 %

Auch der Sauerstoffgehalt dieses Harzes ist besonders hoch. Angesichts der Tatsache, dass diese Produkte in einer Turbine gefunden wurden, können wir annehmen, dass sie sich durch Flüssigkeitsoxydation und nicht durch Gasphase- oder Nebeloxydation gebildet haben und es ist zum ersten Male dass wir derartigen sauerstoffreichen Produkten bei Flüssigkeitsoxydation begegnen. Es ist möglich, dass die weit ausraffinierte Art des Ols, die niedrige Oxydationstemperatur und die Anwesenheit von Kupfer als Katalysator, das Entstehen dieser Produkte fördern.

II-C-2.

OXYDATIONSBESTÄNDIGKEIT VON  
SCHMIERÖLEN IM ZUSAMMENHANG  
MIT DER KONSTITUTION DER AUS-  
GANGSSTOFFE.

UNTERSUCHUNGSTHEMA:

Die Ausarbeitung einer Analysenmethode zur Bestimmung von Schmierölharzen.

Im vorigen Monatsbericht beschrieben wir eine neue Methode zur Harzbestimmung in Schmieröl mittels der Adsorptionsanalyse. Diese Arbeitsweise ermöglichte es zum ersten Male einen konstanten Harzgehalt aufzufinden, unabhängig von dem Verhältnis Öl : Adsorbens.

Diese Methode haben wir weiter entwickelt, indem wir die Adsorptionssäule nacheinander mit Lösungsmitteln genau bekannter Aktivität auswaschen, wodurch eine weitere Trennung des Harzes in charakteristische Fraktionen möglich war. Auch für Bestimmungen von Lack und Oxydationsschlamm könnte die Adsorptionsanalyse wahrscheinlich gute Dienste erweisen.

ZUSAMMENFASSUNG DER UNTERSUCHUNG:

Bei der Adsorptionsanalyse wäscht man die reinen Kohlenwasserstoffe aus der Adsorptionssäule mit Pentan aus, darauf die höheren Kohlenwasserstoffe, besonders die höheren Aromate, mit Benzol und schliesslich die typisch harzartigen Bestandteile mit Alkohol-Benzol 1 : 1.

Wir haben nun gefunden, dass die beste Weise dieses Harz in Fraktionen zu trennen darin besteht, dass man das Verhältnis Benzol : Alkohol variiert. Da jedoch schon 1 % Äthylalkohol einen sehr grossen Einfluss ausübt, war es erwünscht einen etwas weniger aktiven Alkohol anzuwenden, z.B. Isopropylalkohol. Auch Methyläthylketon eignet sich gut zu diesem Zweck. Das aus einem geälterten amerikanischen CY 2 Öl adsorbierte Harz wurde durch Auswaschung mit Isopropylalkohol : Benzol 1 : 99, mit Isopropylalkohol : Benzol 1 : 19 und schliesslich mit Alkohol : Benzol 1 : 1 in drei Fraktionen von 9.7 bzw. 2.2 und 3.9 % getrennt.

In der Praxis genügte es jedoch das Harz mittels Waschung mit Isopropylalkohol : Benzol 1 : 19 und Alkohol : Benzol 1 : 1 nur in zwei Fraktionen zu trennen. In nachstehender Tabelle geben wir von dieser Trennung einige Beispiele. Die grossen Unterschiede in den Verseifungszahlen (V.Z.) der Harzfraktionen zeigen, dass eine sehr charakteristische Trennung erreicht worden ist.

ZAHLENTAFEL 7.

Untersuchtes Öl	Harz				Gesamtharz- gehalt
	Mit Isopropyl- alkohol : Benzol 1 : 19		Mit Alkohol : Benzol 1 : 1		
	%	V.Z.	%	V.Z.	
Am. CY 2, 11 Stunden im Deutz-Motor	11.7	23	3.6	88	15.3
Balk Papan, 20 Stunden im C.F.R.-Motor	11.8	25	1.6	70	6.4
Rectiflow, 8 Stunden im Deutz-Motor	12.8	21	3.0	66	15.3

Auch was das Äussere anbelangt unterscheiden sich die zwei Harzfraktionen ganz scharf: die erste Fraktion hat meistens eine rotbraune Farbe und ist sehr viskös, die Alkohol : Benzol Fraktion dagegen ist im allgemeinen schwarz und fest.

Neben der Harzbestimmung haben wir einen orientierenden Versuch gemacht um festzustellen ob auch "Lack" und "Oxydationsschlamm" mittels der Adsorptionsanalyse getrennt werden können.

#### GEPLANTE UNTERSUCHUNG:

Wir hoffen die Adsorptionsanalyse auch anwenden zu können um schnell einen Eindruck zu gewinnen vom Gehalt an Lack- und Oxydationsschlamm, d.h. von Produkten mit hohem bzw. niedrigem Sauerstoffgehalt, im Schmierölschlamm. Zu diesem Zweck werden wir eine Anzahl Versuche anstellen.

II-C-3.

#### FESTSETZUNG DER AN KONSISTENTE FETTE ZU STELLENDEN ANFORDERUNGEN UND ENTWICKLUNG GEEIGNETER PRÜFMETHODEN.

Das Gleitlagerapparat zur Prüfung der Schmiereigenschaften der konsistenten Fette im Vergleich zu Schmierölen wurde fertiggestellt. Die Arbeiten mit dem semitechnischen Apparat für kontinuierliche Fettherstellung (Rhenania-Arbeitsplan) nahmen jedoch die bezüglichen Experimentatoren dermassen in Anspruch, dass keine Zeit für Untersuchungen mit dem Gleitlagerapparat übrig blieb.

II-C-4.

#### ENTWICKLUNG UND VERBESSERUNG VON LABORATORIUMSMETHODEN ZUR FESTSTELLUNG VON ABNUTZUNG UND ALTERUNG VON SCHMIERÖLEN IM MOTORENBETRIEB.

##### 1. UNTERSUCHUNGSTHEMA:

Abnutzungsversuche mit 4 Kugelapparat unter Ausschaltung von Luftsauerstoff.

Die im vorigen Monatsbericht erwähnten Versuche wurden mit Stickstoff, der durch eine etwa 60 cm lange Säule mit alkalischem Pyrogallol und danach durch ein Wattenfilter geleitet wurde, wiederholt. Wir verwandten wiederum  $\frac{1}{2}$ " S.K.F. Kugeln welche zuvor auf eine Kontaktfläche von etwa 2 mm  $\phi$  abgenutzt worden waren.

Die Ergebnisse dieser Versuche folgen nachstehend.

ZAHLENTAFEL 8.

Abnutzungsversuche ohne Schmiermittel mit  $\frac{1}{2}$ " Stahlkugeln.  
Durchschnittlicher Flächendruck etwa 10 kg/cm<sup>2</sup>. Gleitgeschwindigkeit etwa 25 cm/Sek. Versuchsdauer 1 Stunde.

	Durchschnittliche Kontaktfläche vor dem Versuch	Idem nach dem Versuch	Vergrosserung durch Abnutzung während des Versuches
In Luft	1.90 mm	2.42 mm	0.52 mm
Duplo	1.88 "	2.45 "	0.55 "
In einem Strom gereinigten Stickstoffs (etwa 100 L pro Stunde)	1.76 "	1.78 "	0.02 "
Duplo	1.75 "	1.76 "	0.01 "
Tripla	1.80 "	1.80 "	0.00 "

Es stellte sich also heraus, dass bei der Verwendung von mit alkalischem Pyrogallol gereinigtem Stickstoff unter den gegebenen Versuchsbedingungen fast keine Abnutzung auftrat. Der letztere Versuch wurde mit denselben Kugeln in Luft wiederholt. Hierbei trat wieder Abnutzung von derselben Grössenordnung auf wie bei den anderen Versuchen in Luft.

Die Ergebnisse stimmen mit denen der Versuche, auf dem Vierkugelapparat bei viel höheren Drücken (300 bis 19000 kg/cm<sup>2</sup>) und bei kleineren Gleitgeschwindigkeiten (bis etwa 5 cm/Sek.) ausgeführt, überein.

GEPLANTE UNTERSUCHUNG:

Wir wollen noch feststellen wie hoch der kritische Flächendruck und die kritische Gleitgeschwindigkeit sind, über denen die "oxydative" Abnutzung in "mechanische" Abnutzung übergeht (Fressen: Entfernung von Metallteilchen).

2. UNTERSUCHUNGSTHEMA:

Abnutzungsversuche im Motor.

a. Nach einer Reparatur von ziemlich langer Dauer am Deutz Motor waren wir wieder instande einige Abnutzungsversuche mit verschiedenen Schmierölen anzustellen. Wir führten eine Anzahl Versuche aus, wobei der Motor gestartet und danach unter Vollast gedreht wurde bis das Kühlwasser siedete, was etwa 17 Minuten dauerte, wonach die Abnutzung der Kolbenringe gemessen wurde. Als Öle wurden

Penna Bright Stock und Penna Neutral gebraucht. Bei etwa zehn Versuchen war die Abnützung bei beiden Ölen ungefähr dieselbe.

Wir werden noch eine Anzahl Öle in dieser Weise und auch in Versuchen längerer Dauer untersuchen.

- b. Die Schwefelanalysen der Auspuffgase eines Benzinmotors wurden fortgesetzt. Bei diesen Versuchen wurde die Leitung zwischen Motor-auspuff und Waschflaschen elektrisch erwärmt, so dass keine vorzeitliche Wasserkondensation auftreten konnte. Diese Methode führte auch jetzt nicht zu duplizierbaren Ergebnissen. Dann fanden wir, dass Motorauspuffgase aus einer Kaliumjodidlösung Jod freimachen können. Dies ist höchstwahrscheinlich der Gegenwart von Peroxyden in den Auspuffgasen zuzuschreiben. Wir müssen also auf die  $\text{SO}_2$ -Bestimmung durch Absorption in einer Kaliumjodidlösung verzichten und führten nun eine Anzahl Versuche aus, bei denen eine Jodlösung in 50 %-igem Alkohol als Adsorptionsflüssigkeit gebraucht wurde. Wir fanden jetzt ziemlich gut duplizierbare Werte. Fast aller Schwefel war in Form von  $\text{SO}_2$  anwesend. Eine Kontrollbestimmung des Gesamtschwefelgehaltes mit der  $\text{H}_2\text{O}_2$ -Methode ergab jedoch mehr Schwefel als theoretisch anwesend sein konnte, so dass auch die  $\text{SO}_2$ -Bestimmung in Zweifel gezogen wird.

II-C-5.

-----

UNTERSUCHUNG MECHANISCHER  
EIGENSCHAFTEN VON STRASSEN-  
BAUMISCHUNGEN.

Zerreissversuche.

Es wurden Zerreissversuche angestellt mit Mörtelmischungen, wovon das Aggregat eine bestimmte Zusammensetzung hatte und worin Bitumina verschiedener Hartheit (Ausgangspenetration) verarbeitet worden waren.

Für jede Mischung wurde bei diesen Versuchen die Deformationsgeschwindigkeit im Verhältnis 1 : 10 : 100 variiert während die Versuche bei + 20° C und - 5° C stattfanden.

Diese Untersuchung wurde mit vier Bitumina aus venezolanischem Grundstoff (Pen. 20/30, Pen. 50/60, Pen. 80/100 und Pen. 180/200) ausgeführt. Obwohl diese Versuche jetzt beendigt sind, stehen der Bearbeitung der Ergebnisse und besonders der Korrelation derselben mit den entsprechenden Zell- und Druckversuchen noch Schwierigkeiten im Wege, so dass wir die Formulierung unserer Schlussfolgerungen noch aufschieben müssen.

II-C-6.

RHEOLOGIE VON BITUMEN UND  
UNTERSUCHUNG NACH DER WASSERDURCHLÄSSIGKEIT.

An diesem Gegenstand wurde in der Berichtsperiode nicht gearbeitet, da die gesamte Abteilung mit externen Aufträgen beschäftigt war.

II-C-7.

ASPHALTBITUMENANWENDUNGEN  
IN DER INDUSTRIE UND IM  
BAUGEWERBE.

1. UNTERSUCHUNGSTHEMA:

Untersuchung nach der Beständigkeit von bituminösen Schichten gegen Säuren verschiedener Konzentration.

(Siehe Monatsbericht Mai 1943).

Die der Wirkung von Schwefelsäure, Salzsäure und einigen organischen Säuren verschiedener Konzentration ausgesetzten bituminösen Schichten sind wiederum inspiziert worden. Keine wesentliche Änderungen im Vergleich zu der letztabgehaltenen Inspektion im Mai 1943 haben sich dargeboten.

Es hat sich herausgestellt, wie sehr die Säurefestigkeit von Bitumen-Füllstoffkompositionen durch die Säurefestigkeit des Füllstoffes bedingt wird; Zusammensetzungen mit (Quarz)sand, der nur einige Prozente in Säure lösliche Bestandteile enthielt, wurden auf die Dauer durch die Säure angegriffen (unter Blasenbildung).

2. UNTERSUCHUNGSTHEMA:

Porenfreie, säurefeste Bitumenauskleidung für Beton und Eisen.

(Siehe Monatsbericht Juni 1943).

Im Beton- und in Eisentank sind die bituminösen Auskleidungen, angebracht indem wir Schichten einer Zusammensetzung von geblasenen Bitumen und Quarzmehl auf die Wände klebten und diese zweimal mit einer dickflüssigen Mischung von geblasenen Bitumen, Quarzmehl und einem Lösungsmittel abstrichen, nun 6 Monate der Wirkung von 15 %-iger Schwefelsäure bei 60° C ausgesetzt gewesen. Diese Auskleidung ist noch vollkommen intakt; der Versuch wird fortgesetzt.

3. UNTERSUCHUNGSTHEMA:

Haftung von Asphaltbitumen an gläsernen oder säurefesten Fliesen.

Es wurden Versuche angestellt über die Haftung von Asphaltbitumen an gläsernen und säurefesten Fliesen, falls diese mit verdünnten Säuren in Berührung kommen. Dies geschah, weil man gegenwärtig immer mehr dazu übergehen muss Beizbehälter und ähnliche Objekte aus Beton und Stahl zu schützen. Hatte man früher dafür Blei zur Verfügung, jetzt ist man auf Asphaltbitumen angewiesen, um so mehr da keine Schwefelsäure, sondern Salzsäure als Beizflüssigkeit benutzt werden muss. Das Asphaltbitumen selbst gibt zwar entscheidenden Schutz, jedoch wünscht man öfters zu gleicher Zeit eine Abdeckung mit säurefesten Fliesen zum mechanischen Schutz des Asphaltbitumens.

4. UNTERSUCHUNGSTHEMA:

Hartheitsbestimmung von Bitumina für Rohrschutz.

Es wurden auch vergleichende Versuche angestellt über eine Härtheitsbestimmung von Bitumina und sonstige für Rohrschutz angewandten Materialien. Diese Versuche dienen zur Korrelation der üblichen deutschen Methode mit der niederländischen Standardmethode.

004247

- 41 -

II-C-8.

VERBESSERUNG DER RHEOLOGISCHEN  
EIGENSCHAFTEN VON BITUMEN DURCH  
ZUSATZ HOCHMOLEKULARER STOFFE.

Wegen Erkrankung des Berichterstatters  
wird die Berichterstattung über diesen Gegenstand auf  
folgenden Monat verschoben.

II-D.        B E R E I T U N G   V O N  
C H E M I S C H - I N D U S T R I E L L E N  
E R Z E U G N I S S E N   A U F   P E T R O -  
L E U M G R U N D L A G E .  
=====

II-D-1.

NEUE CHEMISCHE VERBINDUNGEN  
DURCH OXYDATION VON OLEFINEN  
AUS DER GASÖLSTRECKE.

Sieh Monatsbericht Nr. 6.  
-----

II-D-2

ANWENDUNG VON WASSERSTOFFPEROXYD  
AUS ERDÖLOXYDATIONSPRODUKTEN IN  
DER ORGANISCH-CHEMISCHEN TECHNIK  
ZUR SYNTHESE VON GLYKOLEN.

Wegen Erkrankung wurde in der Bericht-  
periode an diesem Thema nicht gearbeitet.  
-----

II-D-3.

KONDENSATION HALOGENHALTIGER  
VERBINDUNGEN DURCH ENTZIEHUNG  
DES HALOGENS.

Da die betreffende Abteilung völlig mit  
der Bereitung organischer Präparate für andere Abtei-  
lungen beschäftigt war, wurde an obengenannten Gegen-  
stand in der Berichtsperiode nicht gearbeitet.

II-D-4.

ISOLIERUNG VON NICHT-KOHLLEN-  
WASSERSTOFFEN AUS ERDÖLFRAK-  
TIONEN UND DEREN VERWENDUNG  
IN DER CHEMISCHEN INDUSTRIE.

UNTERSUCHUNGSTHEMA:

Konzentrierung stickstoffhaltiger  
Produkte in Rohöl.

ZUSAMMENFASSUNG DER UNTERSUCHUNG:

In unserem vorigen Monatsbericht beschrieben wir die chromatographische Absorption eines von flüchtigen Bestandteilen und Asphaltene befreiter kalifornischen Rohöls. Es wurde dabei auseinandergesetzt wie wir eine Reihe stickstoffhaltiger Fraktionen erhielten, die zusammengefügt und aufs neue einer chromatographischen Absorption unterzogen wurden.

Obgleich wir diesen Versuch mit verschiedenen Adsorbentien (Floridin, Borsäure, Aluminiumoxyd, Talk, wasserfreie Oxalsäure und Silicagel) ausführten, gelang es in keinen dieser Fälle eine weitere Trennung zu erzielen. Ein Versuch um aus dieser Fraktion durch Behandlung mit Sublimat, Pikrinsäure oder Hexamethylen-tetramin eine kristallinische Additionsverbindung zu erhalten, mislang ebenso. Die einzige Trennung, die sich als möglich herausstellte, war die mit Hilfe von Pentan, wobei noch eine Menge Asphaltene abgetrennt wurde.

Die chromatographische Absorption der (in Benzol gelösten) Asphaltfraktion erwies sich gleichfalls als unausführbar, trotz der Tatsache, dass wir auch hier mehrere Adsorbentien ausprobierten. Ebenso wenig gelang es uns die Stickstoffverbindungen durch vorsichtige, tagelange Extraktion mit Pentan in eine stickstofffreie und eine stickstoffhaltige Fraktion zu trennen.

Die bei dieser Untersuchung erhaltenen Daten weisen darauf hin, dass der Stickstoff zu kohlenstoffreichen und stickstoffarmen Produkten gehört, die in bezug auf verwandte Verbindungen keine markante Unterschiede aufweisen. Falls dies zutrifft, wird die Möglichkeit zum Isolieren von stickstoffhaltigen Einzelstoffen sehr gering sein; eine Bestimmung des mittleren Molekulargewichts der erhaltenen Fraktionen wird uns hierüber nähere Auskunft geben.

Die Tatsache, dass die stickstoffhaltigen Produkte zusammen mit den Asphaltene anwesend sind, verringert das technische Interesse an der vorliegenden Materie in erheblichem Masse.

- 44 -

Die wissenschaftliche Seite ist jedoch etwas interessanter; es ist aber sehr fraglich ob dieses wirtschaftliche Interesse die Mühe und den grossen Kostenaufwand, die eine so schwere chemische Untersuchung dieser hochmolekularen Komplexe erfordert, wohl aufwiegt. Nach einiger zusätzlicher Abrundungsarbeit werden wir diese Untersuchung einstweilen einstellen.

-----

II-D-5.

UNTERSUCHUNGEN NACH DER QUALITÄTS-  
VERBESSERUNG VON ESTERSALZEN AUS  
ERDÖLLEFINEN UND DEREN VERWENDUNG  
ALS FETTFREIES SEIFENAUSTAUSCH-  
PRODUKT.

Wie im Monatsbericht Nr. 1 mitgeteilt worden ist, wird vorläufig an diesem Gegenstand nicht gearbeitet werden.

II-E. ANWENDUNG VON  
 ÖLPRODUKTEN ZUR BEREI-  
 TUNG VON PFLANZENSCUTZ-  
 MITTELN.

=====

II-E-1.

WEITERE ENTWICKLUNG VON INSEK-  
 TIZIDEN FÜR SOMMER- UND WINTER-  
 SPRITZUNG.

UNTERSUCHUNGSTHEMA:

Untersuchung von organischen Stoffen als  
 Oviziden.

Im vorigen Monatsbericht wurde mitgeteilt,  
 dass aus Stichproben hervorging, dass einige der für  
 die Untersuchung als Insektizide hergestellten Stoffe  
 eine stärkere ovizide als insektizide Wirkung besitzen.

Aus diesem Grunde wurden die bis jetzt  
 hergestellten Chlor-Tetralenderivate weiter auf ihre  
 oviziden Wirkung untersucht. Wir fingen die Unter-  
 suchung mit diesen Tetralenderivaten an, weil es im  
 Schrifttum Hinweise gibt, dass chlorierte Tetralen-  
 derivate stärker ovizide sind als die entsprechenden  
 Naphthalen- und Benzenderivate. Die Stoffe wurden in  
 genau derselben Weise dispergiert als bei der Insekti-  
 zide-Untersuchung; die toxische Wirkung wurde mit  
 Hilfe von Mehlmotteneiern geprüft.

Die Interpretation der dabei erhaltenen  
 Ergebnisse stösst aber noch auf Schwierigkeiten, weil  
 es sich inzwischen herausgestellt hat, dass diese  
 stark von dem Art des Kontakts mit den Oviziden abhän-  
 gig sind. Mit DNC-haltigen Lösungen führte die im ersten  
 Monatsbericht beschriebene Standardmethode zu gut mit  
 der Praxis übereinstimmenden Ergebnissen. Seitdem ist  
 jedoch Zweifel entstanden, ob diese Übereinstimmung  
 wohl allgemein gilt - also z.B. auch für Emulsionen  
 wie die jetzt hergestellten. Es hat sich nämlich  
 herausgestellt, dass nach verschiedenen Methoden behan-  
 delte Eier, nicht nur in der Höhe des Abtötungsprozent-  
 satzes variieren, sondern dass auch die Reihenfolge  
 der verschiedenen Präparate nicht für alle Methoden  
 dieselbe ist.

Es sind jetzt die nachfolgenden Kontakt-  
 methoden zur Anwendung gekommen:

1. Lose Eier, mit der zu untersuchenden Flüssigkeit  
 geschüttelt und danach auf einem Büchnertrichter  
 abfiltriert (Absaugmethode; die originelle Stan-  
 dardmethode).
2. Eier, mit Sikkativ auf Objektgläser geklebt und  
 danach in die zu untersuchende Flüssigkeit  
 untergetaucht.

3. Eier, mit Sikkativ auf Objektgläser geklebt und danach mit 2.4 mg der Flüssigkeit pro cm<sup>2</sup> bespritzt; daneben ein ähnlicher Versuch, aber bespritzt mit 7.2 mg pro cm<sup>2</sup>.

Zuerst soll nun festgestellt werden wie diese Methoden untereinander verglichen werden können und welche Methode sich am besten für die eigentliche Untersuchung eignet.

Über die Arbeit in diesen Hinsicht werden wir vorläufig berichten unter der Rubrik II-E-2, wozu dieselbe nach ihrer Art tatsächlich gehört.

II-E-2.

-----

FESTSTELLUNG DER INSEKTIZIDEN,  
PHYTOZIDEN UND FUNGIZIDEN WIR-  
KUNG VON PFLANZENSCHUTZMITTELN.

1. UNTERSUCHUNGSTHEMA:

Tagesschwankungen bei der Bestimmung der oviziden Wirkung von Winterspritzmitteln.

Diese Untersuchung wurde nicht fortgesetzt, weil vorher ein Thermostatraum herzurichten ist, wo die Untersuchung bei konstanter Feuchtigkeit und Temperatur durchgeführt werden könnte.

2. UNTERSUCHUNGSTHEMA:

Mischversuche mit Mehlmotteneiern.

Bei den Versuchen mit Mehlmotteneiern ist die Streuung in den Resultaten eines Tages manchmal grösser als dem Zufall zugeschrieben werden darf. Da diese Streuung den Standardfehler bedingt, ist dieser Punkt von grosser Wichtigkeit, besonders bei mathematischer Verwertung der Ergebnisse.

Gepprüft wurde deshalb, ob einfacher Mischen der Eier vor dem Versuch genügt, und ob das Mischen überhaupt einen merkbaren Einfluss auf die Homogenität des Materials hat.

Dazu wurden Mischversuche mit den normalen weissen und mit blaugefärbten Eiern angestellt, und zwar auf 4 verschiedene Weisen:

1. Die Eier wurden in einem Fließspunktbestimmungs-gläschen, das innen mit Wellpappe ausgekleidet war, während 30 Min. auf einer Rollvorrichtung gerollt.
2. Die Eier wurden in selben Gläschen während 5 Min. mit der Hand hin und her gerollt.

3. Die Eier wurden während 5 Minuten mit einem Pinsel auf einem Uhrglas gemischt.
4. Die Eier wurden während 5 Minuten auf einem Uhrglas hin und her geschüttelt.

Nach der Mischung wurden die Eier auf ein Uhrglas geschüttet und wurde mit einem Spatel fünfmal ein Teil in eine Petrischale mit Filtrierpapier gebracht, worauf die Anzahl blau und weisse Eier gezählt wurde.

Diese Manipulation wurde bei jeder Mischmethode zehnmal wiederholt. Zur Feststellung, ob die Abweichungen der Durchschnittswerte, die bei jeder Serie von 5 beobachtet wurden, ausschliesslich dem Zufall oder einer ungenügenden Mischung zuzuschreiben wäre, wurde die in der Wahrscheinlichkeitsrechnung übliche  $\chi^2$ -Probe angewandt und der zugehörige Wert von P festgestellt. (P ist ein Mass, das angibt, wie gross die Wahrscheinlichkeit ist, dass die Abweichungen nur auf den Zufall zurückzuführen sind).

Unter abermaliger Anwendung der  $\chi^2$ -Probe auf die Verteilung von P findet man  $\chi^2 = 3.25$ , wozu ein Wert von P von gut 50 % gehört. Ein solcher Wert ist bei dieser Art Versuche genügend hoch zu erachten um zu folgern, dass die Abweichungen nicht einer mangelhaften Mischung zuzuschreiben sind.

Auch bei jeder einzelnen Mischmethode ist die Verteilung von  $\chi^2$  zufriedenstellend.

Wir dürfen also schliessen, dass jede dieser Mischmethoden zu einer genügend homogenen Verteilung der Eier führt.

II-E.3.

PRAKTISCHE PRÜFUNG UND  
KONTROLLE VON PFLANZEN-  
SCHUTZMITTELN.

ZUSAMMENFASSUNG DER UNTERSUCHUNG:

A. Ernteanalyse der mit Winterspritzmitteln bespritzten Parzellen.

Bei der Ausarbeitung der Ergebnisse der in August, September und Oktober ausgeführten und in den beiden vorigen Monatsberichten schon beiläufig besprochenen, Ernteanalyse der im März d. J. bespritzten Obstgärten traten noch die folgenden Punkte hervor:

1. Die DNC-haltige Mineralölemulsion "Shell WU 117" und das DNC in wässriger Dispersion enthaltendes Mittel "Shell Nitroleum" waren imstande die Qualität des Obstes in ungefähr gleicher Masse zu verbessern.

004254

2. Deutlich zeigte es sich, dass eine Bespritzung teurer Obstarten eher lohnend ist als eine Bespritzung billiger Obstes, und zwar weil eine Qualitätsverbesserung beim teuren Obst eine viel grössere Preiserhöhung zur Folge hat.

So ergab die Bespritzung mit WU 117 bei Jonathan einen tüchtigen direkten Gewinn, bei Cox Orange pippin wurden die Kosten der Bespritzung gerade gedeckt, bei Early Victoria nicht ganz. In letzteren Fall kann der Gewinn (durch Verbesserung der Bäume) erst nach einigen Jahren zum Ausdruck kommen.

Das billigere Spritzmittel Nitroleum ergab in allen drei Fällen einen direkten Gewinnsaldo.

3. Die Wirkung von WU 117 gegen Spinnmilbe hatte keine Preiserhöhung des Obstes zur Folge, da der Spinnmilbenbefall nur den Baum schwächt, jedoch das Obst nicht beschädigt. Der Vorteil der Spinnmilbenbekämpfung, den WU 117 über Nitroleum hat, wird erst durch eine über eine Reihe von Jahren fortgesetzte Ernteanalyse aus dem höheren Ertrag der mit WU 117 bespritzten Bäume zum Ausdruck kommen.

#### B. Bespritzung mit Winterspritzmitteln im Herbst.

Eine kombinierte Bespritzung gegen Spinnmilbe, Blattlaus und Schorf ist Mitte Oktober, also vor dem Laubfall, ausgeführt worden.

Die Ergebnisse werden im Laufe des Winters und im nächsten Frühling bekannt.

II-B-4.

### STUDIUM DER AN MINERALÖLE UND OLEMULSIONEN ZU STELLENDE ANSPRÜCHE FÜR ANWENDUNG IN PFLANZENSCHUTZMITTELN.

#### 1. UNTERSUCHUNGSTHEMA:

Einfluss des Raffinierungsgrades auf die Phytozidität von Sommerölen.

Die Bereitung einer Serie Öle von verschiedenen Raffinierungsgrad durch die betreffende Abteilung kam noch nicht fertig.

Wir waren aber noch im Besitz eines mit Furfurol weit extrahierten Rectiflowöls, das, mit Rücksicht auf den Raffinierungsgrad, nicht phytozide sein durfte (und es gemäss unseren Versuchen in den Niederlanden auch nicht ist) aber das früher in Griechenland beträchtliche Schaden auf Zitrus-

bäume verursacht hatte. Wir haben dieses Öl nun auch bei unserer Untersuchung herangezogen. Wir halten es nämlich nicht für ausgeschlossen, dass die phytozide Wirkung in Griechenland dadurch verursacht wurde, dass das Öl unter Einfluss des ultravioletten Teils des in Griechenland viel stärkeren Sonnenlichts viele phytoziden Stoffe bildet.

Es wird deshalb untersucht werden, welchen Einfluss eine Bestrahlung mit ultraviolettem Licht (einer Quarzlampe) auf die Phytozidität und eventuell andere Eigenschaften des betreffenden Öls und von normalen weissen Ölen ausübt. Mit diesen Ölen, die während verschiedenen Zeiten bestrahlt wurden, haben wir Ölemulsionen bereitet.

#### GEPLANTE UNTERSUCHUNG:

Von den bestrahlten Ölen werden eventuell einige Eigenschaften und von den damit hergestellten Emulsionen die Phytozidität untersucht werden.

Sobald die betreffenden Öle fertig sind, wird daneben auch mit einer Serie Öle von verschiedenem, ansteigendem Raffinierungsgrad gearbeitet werden.

#### 2. UNTERSUCHUNGSTHEMA:

Einfluss der physikalischen Eigenschaften (Stabilität, Teilchengrösse, usw.) von Mineralölemulsionen auf die Toxizität.

Die im vorigen Monatsbericht erwähnten Untersuchungen wurden fortgesetzt. Sobald eine Übersicht über die Ergebnisse vorliegt wird hierüber näher Bericht erstattet werden.

-----

II-E-5.

#### BEREITUNG VON DINITROKRESOLHALTIGEN SUSPENSIONEN IN WASSER.

#### UNTERSUCHUNGSTHEMA:

Analysenmethode für Dinitro-o-kresol in Shell Nitroleum.

Im vorigen Monatsbericht wurde mitgeteilt, dass bei der Bestimmung des Dinitro-o-kresolgehalts in Nitroleum durch Titration mit Titantrichlorid manchmal wesentlich zu niedrige Werte gefunden wurden.

004256

- 50 -

Es stellte sich nun heraus, dass wenn die vorgeschriebene Kochzeit von 5-7 Minuten genau eingehalten und wenn gleich darauf titriert wurde, die richtigen Werte erhalten wurden. Wurde von diesem Verfahren ein wenig abgewichen, so fand man zu niedrige Werte. Worauf dies zurückzuführen ist, ist noch nicht bekannt; sobald mehr Zeit zur Verfügung ist, wird dies näher untersucht werden. Für Produktionskontrolle genügt jedoch die nunmehr festgesetzte Methode.

II-F. V E R S C H I E D E N E S .  
 =====

ANALYTISCHE UNTERSUCHUNGEN  
 ZUR UNTERSTÜTZUNG DER FOR-  
 SCHUNGSARBEITEN; ENTWICKLUNG  
 VON LABORATORIUMSAPPARATUR.

1. Glukose- und Dextrinbestimmung.

UNTERSUCHUNGSTHEMA:

Das Ausarbeiten einer schnellen Glukose- und Dextrinbestimmung für Betriebsanalyse, wobei, wegen der grossen Knappheit an Kaliumjodid, möglichst wenig dieser Verbindung verbraucht wird.

Da wir für die Herstellung von Sorbitol (sich unter I-6) regelmässig viele Glukose- und Dextrinbestimmungen auszuführen haben, war die Ersetzung der üblichen, viel KJ fordernden Methode durch eine andere, eine dringliche Aufgabe.

ZUSAMMENFASSUNG DER UNTERSUCHUNG:

Es wurden von uns zwei Methoden ausgearbeitet:

- a) eine kolorimetrische;
- b) ein Titrationsverfahren, gegründet auf die Einwirkung von Hydroxylaminsalzsäure auf Glukose.

Zu a).

Bei der kolorimetrischen Methode wird eine abgewogene Menge des zu untersuchenden Stoffes während 10 Minuten mit 25 cm<sup>3</sup> Luff-Lösung gekocht. Nach Abkühlen und Filtrieren wird die Farbe des Filtrats, welche, abhängig vom Gehalt an Kuprerverbindungen, von tiefblau via grün bis farblos variiert, mit den Farben von fünf Standardlösungen, die erhalten werden indem man Lösungen mit 0,15 bzw. 30, 50 und 65 mg Glukose in gleicher Weise behandelt, verglichen.

Es erwies sich als möglich, Glukosebestimmungen in Lösungen, die neben Glukose Sorbit und Dextrine enthalten (wie sie in der Glukosehydrieranlage erhalten werden), nach dieser Methode schnell und mit genügender Genauigkeit auszuführen.

Da bei der Neutralisierung invertierter Dextrinlösungen Gelbfärbung auftreten kann, ist die Bestimmung des Gesamtglukosegehalts in diesen Lösungen nach der kolorimetrischen Methode nicht möglich. Es ist in diesem Falle notwendig, das bisher übliche Titrationsverfahren zur Anwendung zu bringen, wobei der Gebrauch von Kaliumjodid auf 0.1 g festes KJ beschränkt werden kann, indem man die Titration mit einer Rhodanidlösung ausführt.

Wir fanden weiter, dass Dextrin völlig in Glukose konvertiert wird, wenn eine Lösung davon während 10 Minuten mit 2 n-Salzsäure an Rückflusskühler gekocht wird. Dies bedeutet eine erhebliche Zeitersparnis im Vergleich zu dem üblichen Inversionsverfahren (2½ Stunden mit 3 n-Salzsäure auf einem Wasserbad kochen).

In den in der Glukosehydrieranlage erhaltenen Produkten (welche meistens einen Glukosegehalt von etwa 1 % haben) wird der Glukosegehalt nun nach obengenanntem kolorimetrischen Verfahren bestimmt, während, nach Inversion, der Dextringehalt ermittelt wird, indem man, nach Kühlen und Neutralisieren, der Gesamtglukosegehalt durch Titrieren bestimmt. Die Anzahl mg Glukose, abzüglich der kolorimetrisch ermittelten Anzahl mg Glukose, ergibt, nach Multiplizierung mit dem Faktor 0.9, die Anzahl mg Dextrin in der ursprünglichen Lösung.

#### Zu b).

Wir untersuchten die Einwirkung von Hydroxylaminsalzsäure auf Glukose, analog der Ketonbestimmung wie diese in "Sundry Methods Book" (Nr. L 31) beschrieben ist. Diese Methode erwies sich als brauchbar für die betriebssässige Bestimmung des Glukose- und Dextringehalts, wenn, nach der Neutralisierung der freigekommenen Salzsäure mit Lauge und Bromphenolblau als Indikator, die Lösung dreimal während einiger Minuten auf einem Dampfbad erwärmt und danach titriert wird, bis die Farbe endgültig grün-blau bleibt.

Die Betriebsanalyse glukose- und dextrinhaltiger Produkte erfolgt, indem man eine abgewogene Menge des Stoffes mit 10 cc Hydroxylaminsalzsäure und etwas Bromphenolblauindikator während 5 Minuten auf einem Wasserbad erwärmt, darauf kühlt und neutralisiert mit 0.5 n alkoholischer Lauge bekannter Konzentration. Danach wird aufs neue erwärmt und von gelb auf grün-blau titriert. Diese Manipulation wird noch zweimal wiederholt, während ein Blindversuch in gleicher Weise ausgeführt wird. Nun gilt:

% Glukose =  $\frac{\text{cc Lauge (Titration)} - \text{cc Lauge (blanko)} \times \text{Titer Lauge} \times 180 \times 100}{\text{abgewogene Stoffmenge in mg}}$

Für die Dextrinbestimmung wird eine abgewogene Stoffmenge in der unter a beschriebenen Weise invertiert und darauf durch Titration der Gesamtglukosegehalt in der Lösung ermittelt.

Die Zunahme des Glukosegehalts während der Inversion, mit 0.9 multipliziert, ergibt den Dextringehalt.

2. Mikro-Schwefelbestimmung nach dem Prinzip der Verbrennungsmethode von Heslinga und Ter Meulen.

UNTERSUCHUNGSTHEMA:

Da die bis jetzt von uns angewandte Mikro-Cariusmethode zur Bestimmung des Schwefelgehaltes bei der Mikroanalyse den Nachteil hat, dass sie viel Zeit und Sorge fordert, haben wir versucht eine Bestimmungsmethode auszuarbeiten, welche sich auf die Verbrennung der schwefelhaltigen Stoffe, in Übereinstimmung mit der Methode von Heslinga-Ter Meulen (SAM Book 39/38), gründet. Diese letztgenannte Methode, bei der das durch Verbrennung entstandene  $\text{SO}_2$  in einer  $\text{H}_2\text{O}_2$ - oder  $\text{Na}_2\text{CO}_3$ -Lösung quantitativ gebunden und durch Titrierung bestimmt wurde, ergibt für Erdölprodukte schöne Ergebnisse. Nur bei Stoffen (z.B. stickstoffhaltigen Stoffen), die bei der Oxydation andere saure Reaktionsprodukte als  $\text{SO}_2$  und  $\text{SO}_3$  ergeben können, ist Vorsicht zu betrachten.

ZUSAMMENFASSUNG DER UNTERSUCHUNG:

Bei unseren ersten orientierenden Versuchen im Mikromaszstab, benutzten wir die bekannte Apparatur nach dem SAM-Buch, aufgestellt in einem der üblichen Laboratoriumräume. Auch die Ausführungsweise war mit der nach dem SAM-Buch identisch: als Absorptionsflüssigkeit benutzten wir 50 cc 3 %-ige  $\text{H}_2\text{O}_2$  (auf Methylrot neutralisiert) während die gebildete Schwefelsäure mit 1/50 N NaOH-Lösung und Methylrot als Indikator titriert wurde.

Als Probenmuster wählten wir einige Lackprodukte aus der Untersuchung II-C-1, deren Schwefelgehalt, bestimmt nach der Mikro-Cariusmethode, schon bekannt war. Die Analyse eines Lackproduktes, in dem sich nach Carius 2.3 % S befand, ergab jedoch bei den Mikro-Verbrennungsmethode unregelmässige Resultate: 2.6 - 3.1 - 2.2 - 2.1 - 2.9 und 3.5 %. Da wir vermuteten, dass diese zu hohen Ergebnisse den sauren Dämpfen, welche aus dem Raum in die Apparatur gesogen wurden,

zuzuschreiben waren, wurde ein mit Kohle gefülltes und in einem Kohlensäure-Aceton-Gemisch gekühltes Absorptionsgefäß vorgeschaltet, indem schliesslich die ganze Apparatur nach einem Raum, wo viel weniger Gefahr für saure Dämpfe aus der umgebenden Luft drohte, übergebracht wurde. Wir erhielten die nachfolgenden Ergebnisse.

ZAHLENTAFEL 9.

	S-Gehalt nach der Mikro-Verbrennungs- methode:	S-Gehalt nach der Mikro-Cariusmethode:
Lackprodukt XXIX <sup>1)</sup>	2.2-2.3-2.3 %	2.3 %
" XVII	2.9-3.1-3.0 %	3.6 %
" II	4.6-4.4-4.5 %	5.1 %
" VI	0.8-0.8 %	2.6 %

Die Verbrennungsmethode ergibt also bisweilen Resultate, die bedeutend niedriger liegen als die nach Carius erhaltenen. Dies kann durch unvollständige Verbrennung oder durch unvollständige Absorption des gebildeten  $\text{SO}_2$  verursacht sein. Es ist auch möglich, jedoch nicht wahrscheinlich, dass die Ergebnisse der Carius-methode zu hoch sind.

Wir brachten nun einige Abänderungen in der Apparatur und in die Ausführungsweise zur Verbesserung der Verbrennung und der Absorption an.

Es wurde eine höhere Säule Absorptionsflüssigkeit angewandt (10 cc  $\text{H}_2\text{O}_2$  auf einem Glasfilter von etwa 2 cm Durchmesser; Höhe Flüssigkeitssäule 3 bis 4 cm), sowie höher konzentriertes  $\text{H}_2\text{O}_2$  (6 %-iges) als ursprünglich der Fall war. Die Verbrennung wurde mit Sauerstoff statt mit Luft ausgeführt, während die Temperatur der Glühzone gesteigert wurde. Schliesslich wurde hinter dem Verbrennungsschiffchen, jedoch vor der Glühzone, etwas auf  $500^\circ\text{C}$  erhitzte Platinfolie angebracht die zuvor mit Königswasser geätzt wurde.

Bei den ersten Bestimmungen mit der in dieser Weise abgeänderten Apparatur stellte es sich heraus, dass die Verbrennung in Sauerstoff zu schnell verlief.

Wie aus den nachfolgenden, mit Lackprodukt VII erhaltenen Resultaten hervorgeht, ergab das Anbringen einer Metallumhüllung um die Verbrennungsröhre herum, an der Stelle wo sich das Verbrennungsschiffchen befindet, und vorsichtige und gleichmässige Erwärmung des Schiffchens gegen die Strömungsrichtung des Sauerstoffs keine genügende Verbesserung.

<sup>1)</sup> Siehe Memorandum SM 17 (30.9.1943).

ZAHLENTAFEL 10.

S-Gehalt nach der Mikro-Carlusmethode	2.6 %
" " " " ursprünglichen Mikro-Verbrennungsmethode	0.8 - 0.8 %
" " " " Mikro-Verbrennungsmethode mit abgeänderter Apparatur	1.0 - 1.5 - 0.9 - 1.0 - 1.2 %

Der Höchstwert (1.5 % S) wurde unmittelbar nach Ätzung des Platins mit Königswasser erhalten.

Schliesslich wurde noch eine Bestimmung ausgeführt, bei der der Stoff nicht in Sauerstoff, sondern in Luft verbrannt wurde. Obwohl die Verbrennung in diesem Falle ruhig verläuft, wurde auch jetzt kein gutes Resultat erzielt (0.7 % S).

Die Schlussfolgerung soll denn auch sein, dass die S-Bestimmung nach der Verbrennungsmethode im Mikromaszstab keine zuverlässige Resultate ergibt.

Nur durch Nacharbeiten der mehr perfektionierten Methode von Pregl ist es uns vielleicht möglich gute Ergebnisse zu erhalten; wegen der hierfür benötigten Menge Platin ist die diesbezügliche Untersuchung momentan nicht auszuführen.

3. Chemisch-Analytische Spektrographie.

Es wurde eine Methode zur qualitativen Mineralanalyse für diejenigen Fälle, dass nur einige Körner eines bestimmten Minerals anwesend sind, ausgearbeitet. Es ist dann oft schwer diese Körner mikroskopisch zu determinieren, während es nicht möglich ist eine chemische und mikroskopische Analyse auf derartige kleine Mengen anzuwenden, so dass die spektrographische Methode hier grosse Vorteile bietet.

Die übliche Methode zur qualitativ-spektrographischen Untersuchung von Mineralien besteht darin, dass man diese in die Bohrung einer der Elektroden eines Kohlenbogens bringt, wo das Mineral verdampft; die sich darin befindlichen Atome werden dann zum Leuchten angeregt und treten in Emissionsspektrum auf. Wegen der beschränkten Menge Spektralkohlen eignete sich diese Methode nicht so gut für unsere Untersuchung. Wir suchten daher nach einer Methode, bei der Metallelektroden, die sich wieder reinigen und aufs neue verwenden lassen, benutzt werden könnten. Es zeigte sich, dass

elektrolytisches Kupfer zu diesem Zweck gut brauchbar war. Um Wegschleuderung der Körner des zu untersuchenden Mineral durch Entladung vorzubeugen, wurden diese Körner mit Natriumnitrat, das sich wegen seines relativ niedrigen Schmelzpunktes (308° C) und der kleinen Anzahl Linien im Natriumspektrum als sehr geeignet erwies, auf die Elektroden festgekittet. Es stellte sich heraus, dass schon von einem Körnchen des Minerals (Durchmesser 0.2 bis 0.3 mm) ein sehr deutliches Spektrum erhalten wurde, in dem die Hauptbestandteile leicht zu identifizieren waren. Für eine Untersuchung nach Elementen, von denen sich nur Spuren in den Körnern befinden, würde eine grössere Menge des Minerals nötig sein.

III.            F O R S C H U N G S A R B E I T E N  
                  F Ü R   D I E   R H E N A N I A - O S S A G  
 M I N E R A L Ö L W E R K E   A . G . , H A M B U R G .  
 =====

Für die Berichterstattung über die in diese Kategorie fallenden Arbeiten sei auf den separat erschienen "Monatsbericht Untersuchungen Arbeitsplan Rhenania" verwiesen.

-----

IV.            U N T E R S U C H U N G E N   F Ü R  
 D I E   R O H Ö L G E W I N N U N G   A . G . , W I E N .  
 =====

UNTERSUCHUNGEN VON GESTEIN-  
 PROBEN (KERNPROBEN) AUS TIEF-  
 BOHRUNGEN DER R.A.G.

Die angefragten stratigraphischen und geologischen Daten sind nunmehr eingegangen. Ein Bericht über die Untersuchung der Bohrungen R.A.G. 2 und 11 ist nun in Bearbeitung.

-----

V.            U N T E R S U C H U N G E N   V O N  
 S P E Z I A L Ö L E N   U N D   A U S F Ü H R U N G  
 V O N   K O N T R O L L A N A L Y S E N   F Ü R  
 D I E   K R O A T I S C H E   S H E L L ( Z A G R E B ) .  
 =====

An diesen Gegenständen wurde in der Berichtsperiode nicht gearbeitet.

-----

VI. FORSCHUNGSARBEITEN  
FÜR DRITTEN.

=====

Pro memoria.

-----

VII. BERATUNGEN FÜR DIE  
AMSTERDAMER ANLAGEN,  
HAUPTSTELLE UND B.I.M.

=====

In der Berichtsperiode wurden keine  
Resultate grundsätzlicher Bedeutung erhalten, die  
für Berichterstattung in Betracht kämen.

-----

I N H A L T S V E R Z E I C H N I S.  
=====

Seite:

<u>I. ERZEUGUNG FÜR DEN NIEDERLÄNDISCHEN MARKT.</u>	
1. Herstellung von Schmierfetten.	1
2. Herstellung von Schmierölen; Regeneration von Transformator-, Turbinen- und Kompressorölen.	1
3. Herstellung von Schädlingsbekämpfungsmitteln.	2
4. Herstellung von Bitumenemulsionen und Glaserkittersatz.	2
5. Herstellung von Lösungsmitteln für Lacke und Firnisse.	3
6. Herstellung von Sorbitol als Zwischenprodukt für die Produktion von Vitamin C.	3
 <u>II. ALLGEMEINE FORSCHUNGSARBEITEN AUF DEM ERDÖL- UND MINERALÖLGEBIETE.</u>	
<u>A. UNTERSUCHUNGEN AUF DEM GEBIETE DER ÖLERFORSCHUNG UND ÖLFÖRDERUNG.</u>	
1. Voraussagen über Fündigkeit von Erdöl aus der Kenntnis der Ölmuttergesteine und der Migrationswege des Erdöls.	4
2. Untersuchungen von Bohrkernen aus den Bohrungen im Osten der Niederlanden.	5
3. Sediment-petrographische Forschung; Korngrösse-Untersuchung.	6
4. Bestimmung der Ausbeute an gewinnbaren Ölen aus ölführenden Schichten.	7
5. Verbesserung der Ölausbeute ölführenden Schichten durch Verdrängung restlichen Öles durch Wasser.	9
6. Das Auffinden eines Ersatzmittels für Zement zum Abdichten der Bohrlochsohle.	9
7. Verbesserung von Dickspülung und Untersuchung von Ton auf die Verwendungsmöglichkeit für Dickspülung.	10
8. Theoretische Untersuchung nach der Viskositäts- und Thixotropieerniedrigende Wirkung von Chemikalien auf Dickspülung.	11

B. UNTERSUCHUNGEN AUF DEM GEBIETE DER  
ÖLRAFFINAGE UND VERARBEITUNG VON  
ROHÖL UND DESSEN PRODUKTEN.

- |  |    |
|--|----|
| 1. Herstellung hochwertiger Schmieröle durch Extraktion von Rückstandölen mit Antimontrichlorid.   | 12 |
| 2. Qualitäts- und Ausbeutesteigerung von hochwertigen Schmierölen durch Perkolatien über selektiven Adsorptionsmitteln.  | 15 |
| 3. Verbesserung von Extraktionsverfahren.  | 16 |
| 4. Konstitutionsermittlung von Mineralölen durch Spektralanalyse.  | 16 |
| 5. Messung von Gas-Flüssigkeitsgleichgewichten zur Berechnung von Fraktionieranlagen.  | 17 |
| 6. Studium zur Herstellung hochwertiger Schmierfette unter Berücksichtigung des Einflusses der Komponenten und der Arbeitsbedingungen.   | 17 |
| 7. Entwickeln von Analysemethoden für Kohlenwasserstoffgenische aus dem Schmierölgebiete: Gruppenanalyse und Strukturanalyse zur Aufklärung der chemischen Konstitution von Schmierölen. | 18 |
| 8. Vorhersagung über Spalteignung von Mineralölen auf Grund gewisser physikalischer Konstanten.  | 20 |
| 9. Verbesserung von physikalischen Trennungsmethoden für Kohlenwasserstoffe aus dem Benzingebeite.   | 20 |
| 10. Erhöhung des Klopffwertes von Kraftstoffen durch Isomerisation und Dehydrierung.   | 22 |
| 11. Berechnung der Grundlagen für die Übertragungen chemischer Reaktionen, insbesondere katalytischer Reaktionen, vom Laboratorium in die Praxis.  | 23 |
| 12. Physikalisch-chemische Untersuchungen über Katalyse und Katalysatoren.   | 25 |
| 13. Aufbaureaktionen durch photochemische endständige Anlagerung von Halogenwasserstoff an Olefinen.   | 28 |
| 14. Grundlegende Untersuchungen auf dem Gebiet induzierter Kettenreaktionen zur Bereitung hochwertiger Benzine, Schmieröle oder chemisch-industrieller Erzeugnisse.                      | 28 |

15.	Untersuchung nach der korrosiven Wirkung von Erdölnaphtensäuren auf Metalle.	30
16.	Gasanalyse durch Adsorption.	31
17.	Bereitung von Strassenbaubitumina aus paraffinhaltigen Bitumina.	32
18.	Herstellung von Gasölen aus schwefelreichen paraffinischen Rohölen durch Druckhydrierung.	32
19.	Anlagerung von Methan an Erdölrückstände zur Herstellung dünnflüssiger Produkte mit höherem Wasserstoffgehalt.	32
C.	UNTERSUCHUNGEN AUF DEM GEBIETE DER ANWENDUNGEN VON ÖLERZEUGNISSEN.	
1.	Identifizierung von Verschmutzungsprodukten in Verbrennungsmotoren.	33
2.	Oxydationsbeständigkeit von Schmierölen in Zusammenhang mit der Konstitution des Ausgangsstoffes.	34
3.	Festsetzung der an konsistente Fette zu stellenden Anforderungen und Entwicklung geeigneter Prüfmethoden.	36
4.	Entwicklung und Verbesserung von Laboratoriumsmethoden zur Feststellung von Abnutzung und Alterung von Schmierölen im Motorenbetrieb.	36
5.	Untersuchung mechanischer Eigenschaften von Strassenbaumischungen.	38
6.	Rheologie von Bitumen und Untersuchung nach der Wasserdurchlässigkeit.	39
7.	Asphaltbitumenanwendungen in der Industrie und im Baugewerbe.	39
8.	Verbesserung der rheologischen Eigenschaften von Bitumen durch Zusatz hochmolekularer Stoffe.	41
D.	BEREITUNG VON CHEMISCH-INDUSTRIELLEN ERZEUGNISSEN AUF PETROLEUMGRUNDLAGE.	
1.	Neue chemische Verbindungen durch Oxydation von Olefinen aus der Gasölstrecke.	42
2.	Anwendung von Wasserstoffperoxyd aus Erdöloxydationsprodukten in der organisch-chemischen Technik zur Synthese von Glykolen.	42
3.	Kondensation halogenhaltiger Verbindungen durch Entziehung des Halogens.	42

4.	Isolierung von Nichtkohlenwasserstoffen aus Erdölfraktionen und deren Verwendung in der chemischen Industrie.	43
5.	Untersuchungen nach der Qualitätsverbesserung von Estersalzen aus Erdölolefinen und deren Verwendung als fettfreies Seifenaustauschprodukt.	44
E.	ANWENDUNG VON ÖLPRODUKTEN ZUR BEREITUNG VON PFLANZENSCHUTZMITTELN.	
1.	Weitere Entwicklung von Oviziden für Sommer- und Winterspritzung.	45
2.	Feststellung der insektiziden-, phytoziden- und fungiziden Wirkung von Pflanzenschutzmitteln.	46
3.	Praktische Prüfung und Kontrolle von Pflanzenschutzmitteln.	47
4.	Studium der an Mineralöle zu stellenden Ansprüche für Anwendung in Pflanzenschutzmitteln.	48
5.	Bereitung von Dinitrokresolhaltigen Suspensionen in Wasser.	49
F.	VERSCHIEDENES.	
	Analytische Untersuchungen zur Unterstützung der Forschungsarbeiten; Entwicklung von Laboratoriumapparatur.	
1.	Glukose- und Dextrinbestimmung	51
2.	Mikro-Schwefelbestimmung nach dem Prinzip der Verbrennungsmethode von Heslinga-Ter Meulen.	53
3.	Chemisch-analytische Spektrographie.	55
III.	<u>FORSCHUNGSARBEITEN FÜR DIE RHENANIA-OSSAG MINERALÖLWERKE A.G., HAMBURG.</u>	57
IV.	<u>UNTERSUCHUNGEN FÜR DIE ROHÖLGEWINNUNG A.G., WIEN.</u>	
	Untersuchungen von Gesteinsproben (Kernproben) aus Tiefbohrungen der R.A.G.	57
V.	<u>UNTERSUCHUNGEN VON SPEZIALÖLEN UND AUSFÜHRUNG VON KONTROLLANALYSEN FÜR DIE KROATISCHE SHELL (ZAGREB).</u>	57
VI.	<u>FORSCHUNGSARBEITEN FÜR DRITTEN.</u>	58
VII.	<u>BERATUNGEN FÜR DIE AMSTERDAMER ANLAGEN, HAUPTSTELLE UND B.I.M.</u>	58