

3996 - 30/30/154 *Sept. 1943 Dyck*

004270

MONATSBERICHT

LABORATORIUM AMSTERDAM.

Nr. 6.

September 1943.

Betriebsnr. 0/1900/0040.

H. G.

004271

I.

ERZEUGUNG FÜR DEN
NIEDERLÄNDISCHEN MARKT.

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

I-1.

HERSTELLUNG VON SCHMIERFETTEN.

In der Periode vom 1. - 30. September 1943 wurden zum Behuf des niederländischen Marktes die nachstehenden Mengen konsistentes Fett hergestellt:

9.4 t FA 1
 12.0 " F 1
 16.3 " Spritzfett
 1.1 " Hochdruckfett
 1.6 " Graphitfett F 7
 0.7 " Schmierfett für Zwirnmashinen
 ("Travellerfett").

Die Anlage war regelmässig in Betrieb; es liegt kein Anlass zu besonderen Bemerkungen vor.

I-2.

HERSTELLUNG VON SCHMIERÖLEN; REGENERATION
 VON TRANSFORMATOR-, TURBINEN- UND KOMPRES-
 SORÖLEN.

1. Bohröl.

Hergestellt: 15192 kg Bohröl M 5
 1021 " Emulgator Halbprodukt.

2. Schneidöl.

Hergestellt: 305 kg V MB 21
 Nofatöl: keine Produktion.
 Noch zu bereiten etwa 5 t Nofatöl.

3. Rohrgewindeschmier.

Hergestellt: 242 kg.

4. Verschiedene durch Mischen bereitete Öle.

Hergestellf: 1638 kg J 80
 199 " V Shell Öl 1499

814	kg	Cardanöl E 100 = 2.7
1592	"	V Golden Shell
11101	"	Mineralölkomponent für die Fettanlage (für Kalkfette)
9433	"	Cardanöl
2867	"	SCO 13 (noch zu liefern etwa 7 t (Dampfzylinderöl))
2726	"	B 120 VL
6144	"	Kompressoröl

11. Regenerierung von Kompressoröl.

Verarbeitet etwa 36515 kg gebrauchtes Kompressoröl;
daraus bereitet und abgeliefert:
etwa 18953 kg leichte Kohlenwasserstoffe
6305 " Kompressoröl, in der üblichen
Weise mit Schwefelsäure und Erde
raffiniert.

12. Turbinen- und Transformatoröl.

Abgeliefert:	13601	kg	regeneriertes Transformatoröl
	25772	"	W 8 A
	1650	"	Schalteröl
	2024	"	Q B I
regeneriert:	1225	"	Spülöl

13. Regenerierung von verschiedenen gebrauchten Schmieröle.

3 Aufträge insgesamt zu etwa 393 kg;
323 kg regeneriertes Öl abgeliefert.

I-3.

HERSTELLUNG VON SCHÄDLINGSBEKÄMPFUNGSMITTELN

Im Monat September wurde nur Shell WD 200,
bestimmt für Bespritzung von Trauben in Treibhäusern, herge-
stellt. Die Erzeugung betrug 1000 Liter.

I-4.

HERSTELLUNG VON BITUMENEMULSIONEN UND GLASERKITTERSATZ.

Die Produktion im September betrug:

C ₁₃ S (Emulsion für Glaserkittersatz)	20.8 t.
C ₁₃ HPC (Emulsion für Schutzanstriche)	13.2 t.

Da die Grundstoffe (Leinöl, u.ä.) für die früher benutzten Kernbindmittel, bestimmt für die Anfertigung von Gussformen, in den Niederlanden sehr knapp geworden sind, wurde ein neues Kernbindmittel entwickelt. Dieses Produkt ist eine Emulsion von Pech in Sulfitlauge, die im Hurrell Mill hergestellt wird; das Produkt enthält weiter einige Prozente Quelstärke.

Wir haben mit der Produktion dieses Mittels, mit Namen Kernofix, angefangen, vorläufig in kleinem Maszstab zur Feststellung ob das Produkt sich in der Praxis bewährt.

Die Produktion von Kernofix betrug im September 5.3 t. Wegen verschiedener Schwierigkeiten bei der Herstellung ist die Apparatur ein wenig zu erweitern.

I-5.

HERSTELLUNG VON LÖSUNGSMITTELN FÜR LACKE UND FIRNISSE.

1. Herstellung von Tetrahydronaphthalin.

In der Berichtsperiode schritt die Produktion regelmässig fort. Aus 33.4 Tonnen Naphthalin wurden 33.7 Tonnen Tetrahydronaphthalin hergestellt.

Die Zusammensetzung des Reaktionsproduktes zeigte keine auffallenden Abweichungen von den früher erwähnten Analysendaten.

2. Herstellung von Methylcyclohexanol.

Aus 3.4 Tonnen Kresol wurden 3.2 Tonnen Methylcyclohexanol hergestellt mit einer mittleren Ausbeute von 93 %, auf Kresol berechnet.

I-6.

HERSTELLUNG VON SORBITOL ALS ZWISCHEN- PRODUKT FÜR DIE PRODUKTION VON VITAMIN C.

In der Apparatur für die Hydrierung von Glukose wurden in der Berichtsperiode 3.6 Tonnen Sorbit hergestellt.

004275

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 ÖLMUTTER-
GESTEINE UND DER MIGRATIONSWEGE DES
ERDÖLS.

Infolge der Sommerferien und Erkrankung der
Laboranten hatten die Laboratoriumsarbeiten diesen Monat nur
wenig Fortgang. Die Berichterstattung kann also besser auf
den nächsten Monat verschoben werden.

II-A-2.

UNTERSUCHUNGEN VON BOHRKERNEN AUS DEN
BOHRUNGEN IM OSTEN DER NIEDERLANDE.

Da unser Geolog während des ganzen Monats für
Feldstudien im Zusammenhang mit der Korngrösseuntersuchung
auf Dienstreisen war, wird die Berichterstattung auf nächsten
Monat verschoben.

II-A-3.

SEDIMENT-PETROGRAPHISCHE FORSCHUNG:
KORNGRÖSSE-UNTERSUCHUNG.

Da unser Geolog während des ganzen Monats für
Feldstudien im Zusammenhang mit der Korngrösseuntersuchung
auf Dienstreisen war, wird die Berichterstattung auf nächsten
Monat verschoben.

II-A-4.

BESTIMMUNG DER AUSBEUTE AN GEWINN-
BAREN ÖLEN AUS ÖLFÜHRENDEN 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.

Aus den vorigen Versuchsreihen, wobei die Kerne in einem Holzgefäß aufgestellt worden waren und der Druck nicht über 3 Atm. hinausging, konnten noch keine Folgerungen über den eventuellen Einfluss der Formation auf den SP-Effekt gezogen werden. Die Apparatur wurde inzwischen verbessert, so dass wir mit Drucken bis 10 Atm. arbeiten konnten.

ZUSAMMENFASSUNG DER UNTERSUCHUNG:

Es wurden Messungen ausgeführt nach den folgenden Verfahren:

- 1° die verschiedenen Schichten wurden sämtlich mit Dünenwasser gesättigt und die Reihenfolge der Schichten gewechselt;
- 2° eine Schicht wurde mit Salzwasser gesättigt und neben mit Dünenwasser gesättigten Schichten angebracht;
- 3° eine Formation wurde mit Öl gesättigt und neben mit Dünenwasser gesättigten Schichten angebracht;
- 4° eine der Sandsteinschichten wurde durch undurchlässiges, elektrisch nichtleitendes Material ersetzt;
- 5° das unter 4° genannte undurchlässige, nichtleitende Material wurde mit Kupfer- bzw. Bleistreifen versehen, die einen Kurzschluss zwischen Innen- und Aussenseite des Materials herbeiführen können.

Unser vorläufiger Eindruck der ganzen Versuchsreihe ist, dass der elektrische Widerstand der Schicht, wenigstens bei der von uns befolgten Ausführungsweise der Versuche, praktisch keinen Einfluss auf den SP-Effekt ausübt.

Die Versuche gestatten jedoch keine endgültigen Schlussfolgerungen.

GEPLANTE UNTERSUCHUNG:

Die Versuche werden, wenn möglich, fortgesetzt werden unter Anwendung noch höherer Drücke und unter Variierung des Typus der benutzten Schicht.

- b) Physikalische Eigenschaften von Tonmassen und von Kernmustern aus den östlichen Niederlanden und aus dem südlimburgischen Bergwerksgebiet.

UNTERSUCHUNGSTHEMA:

Messung der Porosität und des elektrischen Widerstandes von Kernmustern als Funktion des Druckes.

Die Messungen mit Mustern aus den östlichen Niederlanden sind fortgesetzt worden.

ZUSAMMENFASSUNG DER UNTERSUCHUNG:

Das Muster Oldenzaal 1, 513.5 m., das erst im Urzustand (mit niedrigem Wassergehalt) gemessen worden war (siehe vorigen Monatsbericht), wurde ganz mit Wasser gesättigt, danach wurden die Porosität und der elektrische Widerstand als Funktion des Druckes gemessen.

Auffallend ist, dass bei völliger Sättigung mit Wasser das Porenvolumen des Musters stark zugenommen hat, die Porosität steigt nämlich von 9.4 % auf gut 21.5 %. Der Verlauf der Porosität mit dem Druck ist in nachstehender Tabelle dargestellt. Hierin sind auch die Werte aufgenommen von dem gleichen Muster, nachdem es in einem Mörser verpulvert worden war. Man sieht, dass im Anfang die Porosität höher ist, schliesslich werden bei einem hohen Druck dieselben Werte erzielt wie beim unverpulverten Muster.

TABELLE 1.

Muster Oldenzaal 1, 513,5 m gesättigt, nicht kompakt		Muster Oldenzaal 1, 513,5 m gesättigt, kompakt	
Druck kg/cm^2	Porosität %	Druck kg/cm^2	Porosität %
20	21.5	20	29.1
103	16.3	103	24.3
162	15.4	141	21.8
625	12.2	667	14.7
1030	11.3	1010	11.4

Verpulverung des Musters ergibt also keine wesentlichen Unterschiede bei der Zusammenpressung im Vergleich mit dem unverpulverten Muster.

GEPLANTE UNTERSUCHUNG:

Da alle verfügbaren Muster aus den östlichen Niederlanden gemessen worden sind, wird die Untersuchung eingestellt.

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

UNTERSUCHUNGSTHEMA:

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

Voriges Mal wurden die ersten Messungen ausgeführt an einem Kern mit einer Permeabilität von $330 \times 10^{-11} \text{ cm}^2$. Diese wurden in der vorliegenden Berichtsperiode fortgesetzt.

ZUSAMMENFASSUNG DER UNTERSUCHUNG:

An erster Stelle müssen einige voriges Mal erwähnte Werte verbessert werden; die Resultate des betreffenden Versuches werden als erste in nachstehende Tabelle aufgenommen.

TABELLE 2.

Druckgradient in cm Hg per 50 cm	Ölgeschwindigkeit in cc/Sek.	Gas-Ölverhält- nis Atm. Druck	Sättigung	Relative Permeabilität	
				Öl	Gas
9.5	0.00296	1.66	70.9	30.4	0.53
5.77	0.00124	1.74	70.2	21.3	0.40
4.5	0.00072	1.62	69.9	15.6	0.27

Aus obigen Zahlen geht deutlich hervor, dass die Öl- und Gaspermeabilitäten bei abnehmenden Druckgradienten stark zurückgehen. *be veränderung der permeabilität durch Puffeffekte*

GEPLANTE UNTERSUCHUNG:

Die Messungen werden sowohl bei einem höheren wie bei einem niedrigeren Druckgradienten fortgesetzt werden. Auch die Messungen an einem permeabeleren Kern werden wieder aufgenommen werden.

II-A-5.

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

UNTERSUCHUNGSTHEMA:

Bestimmung des Einflusses der Geschwindigkeit der Ölverdrängung auf die Ölausbeute.

Es wurde bereits über Resultate berichtet von 2 Versuchen mit einem Kern mit Permeabilität etwa $2400 \cdot 10^{-11} \text{ cm}^2$ und mit einem Kern mit Permeabilität $260 \cdot 10^{-11} \text{ cm}^2$, ersterer gefüllt mit Kerosin und später mit Paraffinöl, letzterer mit Kerosin, wobei das Öl durch Wasser mit verschiedenen Geschwindigkeiten verdrängt wurde. Diese Versuchsreihe war fortzusetzen.

ZUSAMMENFASSUNG DER UNTERSUCHUNG:

Aus dem permeabelsten Kern (etwa $2400 \cdot 10^{-11} \text{ cm}^2$) wurde nun Paraffinöl mit einer Geschwindigkeit von 5.2 m/Jahr verdrängt. Die Ausbeute beim Heraustreten der Wasserfront betrug 44.6 %, die nachträgliche Ausbeute 3.2 %, so dass die

Gesamtausbeute 47.8 % war, gegen früher 48.5 % bei 18.2 m/Jahr, bzw. 46.8 % bei 324 m/Jahr. Die Geschwindigkeit hat bei diesem mit Paraffinöl gefüllten Kern offenbar keinen oder einen sehr geringen Einfluss auf die Ausbeute.

Zur Erinnerung diene, dass auch bei den Versuchen, wobei dieser Kern mit Kerosin gefüllt war, praktisch kein Einfluss der Geschwindigkeit gefunden wurde.

Das Kerosin aus dem Kern mit einer Permeabilität von $260 \times 10^{-11} \text{ cm}^2$ wurde mit einer Geschwindigkeit von 192 m/Jahr verdrängt. Die Ausbeute im Augenblick da die Wasserfront hervortrat, war 48.5 %, während keine nachträgliche Ausbeute erhalten wurde. Die früher gefundenen Zahlen waren 45.5 % bei 17.1 m und 50.5 % bei 345 m. Der jetzt gefundene Wert stimmt damit gut überein. Offenbar gibt es hier wohl einigen, sei es geringen Einfluss der Verdrängungsgeschwindigkeit auf die Ölausbeute.

GEPLANTE UNTERSUCHUNG:

Da beim ersten Kern einiger Einfluss der Viskosität des Öles auf die Ölausbeute festgestellt worden ist (siehe vorigen Monatsbericht), werden damit die Versuche noch fortgesetzt werden mit einem Öl von anderer Viskosität; mit dem zweiten Kern werden Versuche mit einer kleineren Geschwindigkeit ausgeführt werden.

II-A-6.

DAS AUFFINDEN EINES ERSATZMITTELS FÜR ZEMENT ZUM ABDICHTEN DER BOHRLOCHSOHLE.

Der zweite Teil des Berichtes ist praktisch fertig. Nächsten Monat werden die Hauptfolgerungen des Berichtes mitgeteilt werden.

II-A-7.

VERBESSERUNG VON DICKSPÜLUNG UND UNTERSUCHUNG VON TON AUF DIE VER- WENDUNGSMÖGLICHKEIT FÜR DICKSPÜLUNG.

UNTERSUCHUNGSTHEMA:

Verlängerung der Lebensdauer von Barytspülungen durch Zusatz von Stoffen, die die Tonaufnahmen während der Bohrung verhindern.

Es stellte sich heraus, dass Tjepoe Spülungen mit Quebracho und Baryt nach Zusatz von 0.06 - 0.1 % höheren Alkoholen (C₁₂) den Erwartungen entsprachen.

Auch Holzleim, Sulfitabfallauge und Melasse sollten noch Spülungen zugegeben werden zur Feststellung ob diese gleichfalls die Lebensdauer verlängern könnten.

ZUSAMMENFASSUNG DER UNTERSUCHUNG:

In nachstehender Tabelle sind die Resultate einer Anzahl Versuche zusammengestellt.

TABELLE 3.

Zusammensetzung der Spülung (Pontischer Ton)	Tonaufnehmendes Vermögen
30 % Ton, 15 % Holzleim und Baryt bis spez. Gewicht 1.80	6.4 %
30 % Ton, 20 % Holzleim und Baryt bis spez. Gewicht 1.80	8.6 %
30 % Ton, 20 % Sulfitlauge und Baryt bis spez. Gew. 1.80	37 %
30 % Ton, 25 % Melasse und Baryt bis spez. Gewicht 1.80	46 %

Aus obigen Werten ist ersichtlich, dass auch andere kolloidale Stoffe die Tonaufnahme verhindern.

GEPLANTE UNTERSUCHUNG:

Die Untersuchung ist hiermit beendet.

Die Schlussfolgerung ist statthaft, dass Spülungen mit einem Gehalt von wenigstens 10 % Quebracho eine längere Lebensdauer besitzen werden, indem auch die Preisverhältnisse derart sind, dass diese Spülung für die Praxis in Betracht kommt. Die Anwendung anderer kolloidaler Stoffe wird von der lokalen Preislage abhängig sein.

004283

11 -

II-A-8.

THEORETISCHE UNTERSUCHUNG NACH DER
VISKOSITÄTS- UND THIXOTROPIE-ERNIE-
DRIGENDEN WIRKUNG VON CHEMIKALIEN
AUF DICKSPÜLUNG.

Wegen Personalmangel konnte an diesem Auftrag
noch nicht gearbeitet werden.

II-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 .

=====

II-B-1.

HERSTELLUNG HOCHWERTIGER SCHMIERÖLE
DURCH EXTRAKTION VON RÜCKSTANDÖLEN
MIT ANTIMONCHLORID.

UNTERSUCHUNGSTHEMA:

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

ZUSAMMENFASSUNG DER UNTERSUCHUNG:

a) Rückgewinnung von $SbCl_3$.

Die im vorigen Bericht bereits erwähnte Bereitung von ölfreiem $SbCl_3$ wurde in Angriff genommen. Das mit Öl gemischte $SbCl_3$ wurde erst in der semitechnischen Apparatur destilliert, wobei ungefähr die Hälfte des vorhandenen Öls entfernt werden konnte. Das $SbCl_3$ enthielt dann etwa 6 Gew.%, d.i. 16 Vol.% Öl, also noch zu viel.

Durch eine scharfe Rektifizierung bei einem Druck von 5 cm Hg in einer Glasapparatur gelang es den Ölgehalt des $SbCl_3$ auf 0.4 Gew.%, d.i. etwa 1 Vol.%, zu bringen. Diese Menge kann als niedrig genug betrachtet werden.

Gleichzeitig wurde auch die Rückgewinnung von $SbCl_3$ aus allerhand Resten in Angriff genommen. Nachstehender Methode wurde dabei gefolgt: Die Reste wurden mit Xylol extrahiert und danach das erhaltene Extrakt in der semitechnischen Apparatur zur Trennung von $SbCl_3$ und Xylol destilliert.

Die Verarbeitung der Reste in dieser Weise musste jedoch bald eingestellt werden, da sehr viele Verstopfungen von Leitungen und Filtern auftraten, wahrscheinlich durch kohlenartiges Material, das durch das Xylol zusammen mit dem $SbCl_3$ aus den Resten extrahiert wird. Folglich mussten die Reste wieder in der üblichen, sehr umständlichen Weise, nämlich durch Ausschütteln mit Salzsäure, aufgearbeitet werden. Diese Arbeit ist noch im Gange.

Mit Rücksicht auf verschiedene aufgetretene Verstopfungen wurde beschlossen die ganze semitechnische Extraktions- und Destillationsapparatur gründlich zu reinigen. Diese Arbeiten sind nunmehr nahezu beendet.

Für die weiteren Versuche wird, wie bereits im vorigen Bericht erwähnt, ein Rückstand, aus dem die leichten Komponenten entfernt worden sind, angewendet. Es steht nun eine Partie Irak Rückstand, der bis zu einer Höchsttemperatur von 235° C bei einem Druck von 5 cm Hg rektifiziert wurde, zu unserer Verfügung.

Es wurde mit der Ausführung einer Anzahl Zersetzungsversuche in Laboratoriumsmaszstab angefangen. Diese Versuche beziehen sich auf die Zersetzung von $SbCl_3$ durch Reaktion mit leichtem bzw. schwerem Öl. Auch der Einfluss von Eisenverbindungen auf die Zersetzungen wird geprüft werden. Im nächsten Monatsbericht wird darüber eingehend berichtet werden.

b) Extraktion.

Keine Versuche durchgeführt. Die Apparatur wird gründlich gereinigt.

c) Versuche im Zusammenhang mit dem Bau der vierstufigen Gegenstrom-Mirasol-Extraktionsanlage.

Messung des Flüssigkeitsinhalts der Vorratsgefäße.

Diese erfolgt augenblicklich mit Hilfe von Stickstoff, der mittels eines Tauchrohres durch die Flüssigkeit perlt. Der dazu benötigte Druck des Stickstoffes ist dem der Flüssigkeitssäule, wodurch die Blasen aufsteigen, gleich. Der Flüssigkeitsinhalt kann also gleich in kg gemessen werden.

Bei dieser Messmethode treten jedoch trotz ihrer Einfachheit manchmal Störungen auf. Wir haben uns deshalb nach anderen Methoden zur Bestimmung des Flüssigkeitsinhalts der Vorratsgefäße umgesehen, die sich einwandfrei und ohne Störungen anwenden lassen. Die Messung mit Hilfe eines Schwimmers kommt in Betracht und wird versucht werden.

Auch die Messung der Höhe mittels der Bestimmung des elektrischen Widerstandes der Flüssigkeitssäule, die sich zwischen zwei in die Flüssigkeit gestellten Elektroden befindet, kommt in Betracht. Über diese Methode wurde eine Anzahl orientierender Versuche angestellt.

II-B-2.

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

SCHMIERÖL-RAFFINAGE DURCH PERKOLATION ÜBER BAUXIT.

Im Zusammenhang mit den Ferien der betreffenden Belegschaft machte die Arbeit im Berichtsmonat nur geringe Fortschritte, so dass über die Ergebnisse zusammen mit denen über Oktober 1943 berichtet werden wird.

II-B-3.

VERBESSERUNG VON EXTRAKTIONSVERFAHREN.

In der Berichtsperiode wurden keine Untersuchungen vorgenommen.

II-B-4.

KONSTITUTIONSERMITTLUNG VON MINERAL-
ÖLEN DURCH SPEKTRALANALYSE.

Ramen-Analyse.

In der Berichtsperiode wurde auf diesem Gebiet ausschliesslich an der Untersuchung der Rhenania Spaltdestillatfraktionen gearbeitet. Siehe Rhenania Monatsberichte.

II-B-5.

MESSUNG VON GAS-FLÜSSIGKEITS-
GLEICHGEWICHTEN.

Gas-Flüssigkeitsgleichgewichte von Kohlenwasserstoff-
Schwefeldioxyd-Gemischen.

Die Anfertigung der notwendigen druckfesten Apparatur für Messungen bei 6 Ata ist noch nicht beendet; somit konnten keine experimentellen Arbeiten für dieses Untersuchungsthema geleistet werden.

II-E-6.

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

A. Einfluss des Verfahrens auf die Eigenschaften von Kalkfetten. Die Einstellung des Wassergehalts im Ausrührautoklav.

Die Möglichkeit wurde geprüft, den Wassergehalt eines Fettes reproduzierbar auf einen bestimmten Wert einzustellen, indem man bei konstanter Temperatur und konstanter Autoklavfüllung den Wasserdampf bis zu einem bestimmten Druck ablässt, dies im Gegensatz zum früheren Verfahren, wobei erst vollständig entwässert und darauf eine dosierte Menge Wasser zugesetzt wurde.

Bei Versuchen im Ausrührautoklav stellte sich heraus, dass der Wassergehalt durch Ablassen des Druckes ziemlich genau eingestellt werden kann, wie aus den folgenden Zahlen hervorgeht.

Füllung	91	92
abgelassen bis auf 2.5 Atm.	0.55 %	0.595% Wasser
Füllung	95	96
abgelassen bis auf 3.0 Atm.	0.725%	0.80 % Wasser.

Dieses Verfahren würde in der Praxis eine wesentliche Vereinfachung bedeuten.

B. Einfluss des Rezeptes auf die Eigenschaften von Kalkfetten. Einfluss der Viskosität und der Herkunft des Mineralöls, mit dem das Fett hergestellt wird.

Wir bereiten nunmehr eine Serie Fette unter Varifierung der Viskosität und der Herkunft des Mineralöls. Diese Serie ist noch nicht ganz fertig.

C. Kolloidchemische Untersuchung.

Messungen mit dem Plastometer.

Ein Fett wird zwischen zwei horizontale rechtwinklige planparallele Platten angebracht. Die Platten sind mit Rippen versehen um "Ausgleiten" des Fettes längs des Metalls vorzubeugen. Auf der oberen in der horizontalen Fläche verstellbaren Platte wird eine gewisse horizontal gerichtete Kraft angebracht und die

dadurch im Fett auftretende Deformation wird als Funktion der Zeit gemessen.

Die Deformation (s) als Funktion der Zeit (t) kann dargestellt werden durch die Formel:

$$s = k \cdot t^n$$

in der k und n Konstanten sind. Die $\log s - \log t$ - Kurven sind also Geraden, der \log Neigungswinkel wird durch n gegeben. Der Wert von n ist immer etwa 0.20.

Nach Aufhebung der Belastung federt das Fett teilweise, bei geringen vorhergehenden Deformationen sogar ganz zurück.

Bei Erhöhung der Belastung nimmt die Deformation, die nach einer bestimmten Zeit erreicht wird, mehr als proportional mit der Belastung zu.

Die Abhängigkeit der Deformation nach einer bestimmten Zeit von der Penetration des untersuchten Fettes wird nun für eine Reihe Fette verschiedener Zusammensetzung und Härte studiert.

II-B-7.

ENTWICKELN VON ANALYSEMETHODEN FÜR
KOHLENWASSERSTOFFGEMISCHE AUS DEM
SCHMIERÖLGEBIETE: GRUPPENANALYSE
UND STRUKTURANALYSE ZUR AUFKLÄRUNG
DER CHEMISCHEN KONSTITUTION VON
SCHMIERÖLEN.

1. Sammlung repräsentativer Erdölfraktionen.

Wegen Personalmangels wurden im vergangenen Monat nur wenige Erdölfraktionen (des Miri-Öles) hydriert.

(2. Exakte Gruppenanalyse der Erdölfraktionen.

(3. Prüfung und Verbesserung der Waterman-Ringanalyse.

Die Arbeiten zur genauen Elementaranalyse der Erdölfraktionen wurden fortgesetzt. Es wurden Kohlenstoff- und Wasserstoffgehalte von etwa zehn hydrierten und entaromatisierten Fraktionen nach der sehr genauen Methode bestimmt. Auch sind einige Bestimmungen gemacht

worden mit der vereinfachten Methode, die wir im Juli-Bericht erwähnten. Es stellte sich heraus, dass die Resultate der letzten Methode durchaus befriedigend waren. Es war möglich durch Zugrundelegung der "Schoorl-schen Atomgewichte" die Korrekturen für Aufwärtsdruck, Ausdehnung der Absorptionsmittel, usw., zu beseitigen und dadurch viel Arbeit und Zeit zu ersparen.

4. Strukturanalyse der im Erdöl vorkommenden Kohlenwasserstoffe.

Die genaue Werkzeichnung der Strömungsdoppelbrechungsapparatur ist fertiggestellt worden. Jetzt wird ein für die gute Funktionierung des Apparates wesentlicher Teil, nämlich der Quecksilberverschluss, gesondert hergestellt und erprobt werden.

Orientierende Messungen zur chromatographischen Analyse von Schmierölkohlenwasserstoffen wiesen aus, dass die Perkolation von zwei verschiedenen Kohlenwasserstoffen (Hexatriakontan und Dicytylbenzen) über nicht-vorerhitztes Aluminiumoxyd keine wesentlichen Unterschiede hervorbrachte, weder bei Gebrauch von Cyclohexan als Lösungsmittel noch bei Anwendung von n.Pentan.

Dieselben Versuche werden jetzt mit auf verschiedene Temperaturen vorerhitztem Aluminiumoxyd ausgeführt werden.

Wir orientierten uns über die Brauchbarkeit der Methode von Picon & Mangeot (Comptes Rendus 212, 189 (1941)) zur Bestimmung der Oberflächenspannung. Diese Methode braucht sehr wenig Öl und ermöglicht eine schnelle Temperaturregulierung; es gelang uns aber nicht gut reproduzierbare Resultate zu bekommen, weshalb wir diese Untersuchung vorläufig einstellten.

II-B-8.

VORHERSAGUNG ÜBER SPALTEIGNUNG VON MINERALÖLEN AUF GRUND GEWISSER PHYSIKALISCHEN KONSTANTEN.

Zum Abschluss der Arbeiten über die "Kennziffer" studierten wir im vergangenen Monat den Zusammenhang zwischen Kennziffer, mittlerem Siedepunkt und Wasserstoffgehalt.

Für die nicht-hydrierten Fraktionen der natürlichen Erdöle lässt sich der Wasserstoffgehalt mit einer Genauigkeit von etwa 0.1 bis 0.15 % aus Kennziffer und mittlerem

Siedepunkt berechnen. Für die teilweise und die völlig hydrierten Öle aber wurden grössere Abweichungen zwischen experimentell bestimmten und aus Kennziffer und Siedepunkt berechneten Wasserstoffgehalten gefunden, die mit zunehmendem Hydrierungsgrad bis zu etwa 0.7% anwachsen.

Die experimentellen Arbeiten über die Kennziffer sind hiermit zum Abschluss gekommen; ein zusammenfassender Bericht ist in Vorbereitung.

II-B-9.

VERBESSERUNG VON PHYSIKALISCHEN TRENNUNGSMETHODEN FÜR KOHLENWASSERSTOFFE AUS DEM BENZINGEBIET.

Wegen noch anhaltender Erkrankung des betreffenden Akademikers ist noch keine Berichterstattung möglich.

II-B-10.

ERHÖHUNG DES KLOPFWERTES VON KRAFTSTOFFEN DURCH ISOMERISATION UND DEHYDRIERUNG.

1. UNTERSUCHUNGSTHEMA:

Katalytische Entschwefelung von Gasen.

Nachdem wir einen Eindruck über die Brauchbarkeit unseres Norit-Alkali-Katalysators für die Entschwefelung von Straightrun- und Spaltbenzinen gewonnen hatten, sind wir dazu übergegangen die Entschwefelung von Gasen über diesen Katalysator zu prüfen.

ZUSAMMENFASSUNG DER UNTERSUCHUNG:

In mehreren Fällen in der industriellen katalytischen Praxis ist es notwendig das zu behandelnde Gas weitgehend zu entschwefeln. Es sind dazu zwar ausgearbeitete Methoden vorhanden, aber trotzdem wäre es wichtig wenn wir über einen neuen Gasentschwefelungskatalysator verfügten, vorausgesetzt dass dieser den folgenden zwei Anforderungen genüge:

004291

- 19 -

- 1) der Katalysator bewerkstellige eine Entschwefelung bis auf einen Gehalt von weniger als 10 mg S/m^3 , vorzugsweise auf weniger als 2 mg S/m^3 ;
- 2) der Katalysator führe nicht nur die Entfernung von Dialkylsulfiden, sondern auch von Thiophen herbei.

Wir haben nun eine Serie orientierende Versuche angestellt, wobei Leuchtgas als zu entschwefelnder Grundstoff benutzt wurde und wobei in einem Fall ausserdem eine Mehrmenge Thiophen dem Gas zugesetzt wurde.

Während nun durch Norit + KCH den "eigenen" Schwefel des Leuchtgases bei 400° C bis auf $2-7 \text{ mg/m}^3$ entfernt wird, wobei der Katalysator während einer angemessenen Periode wirksam blieb, wurde mit dem thiophenhaltigen Gas nur während kurzer Zeit (einiger Stunden) ein genügender Entschwefelungsgrad erzielt. Wir gewannen dabei den Eindruck, dass die Entfernung von Thiophen hauptsächlich durch Adsorption an Norit zustande kommt und dass hier keine chemische Bindung vorliegt.

GEPLANTE UNTERSUCHUNG:

Wir werden noch prüfen ob bei höherer Temperatur vielleicht wohl eine chemische Bindung des Thiophens bewerkstelligt werden kann.

2. UNTERSUCHUNGSTHEMA:

Hydroformen mit dem Amsterdamer Katalysator.

Der semitechnische Dauerversuch mit dem Amsterdamer Hydroformkatalysator wurde angefangen.

ZUSAMMENFASSUNG DER UNTERSUCHUNG:

Mit einer Füllung des in semitechnischem Masstab bereiteten Katalysators wurde ein Dauerversuch angefangen, in welchem Irak Heavy Naphtha (Siedegrenzen $140-200^\circ \text{ C}$) unter günstigen Bedingungen der "Hydroformbehandlung" unterworfen wird. Der Arbeitsphase dauert 24 Stunden; die Dauer der Regenerationsphase betrug im Anfang 15 Stunden, aber konnte allmählich - einer verringernden Bildung kohlenartiger Absetzungen auf dem Katalysator entsprechend - zu 3 Stunden herabgesetzt werden.

Regenerierungszeit und Produktionszeit verhalten sich also sehr günstig. Die Katalysatoraktivität geht nur sehr langsam zurück.

GEPLANTE UNTERSUCHUNG:

Fortsetzung dieses Dauerversuches.

3. UNTERSUCHUNGSTHEMA:

Schwefelbeständigkeit des Standard-I.G. Hydroform Kontaktes.

Anschliessend an die Bestimmung der Schwefelempfindlichkeit des Amsterdamer Hydroformkatalysators haben wir nun auch untersucht ob, und in wieweit, der Standard-I.G. Katalysator schwefelfest sei.

ZUSAMMENFASSUNG DER UNTERSUCHUNG:

Wenn ein schwefelfreies Lagunillas Benzin über dem Aluminiumoxyd-Molybdänoxyd-Kontakt der Hydroformbehandlung unterworfen wird, bleibt die Katalysatoraktivität längere Zeit vollkommen konstant.

Wenn dagegen mit schwefelhaltigem Irak Benzin gearbeitet wurde, stellte sich die Aktivität nach 200 Betriebsstunden um 15 % niedriger als mit dem schwefelfreien Benzin.

Auch dieser Kontakt scheint also nicht vollkommen schwefelfest zu sein. Eine definitive quantitative Vergleichung des Standard-I.G. und des Amsterdamer Kontaktes in dieser Hinsicht wäre übrigens nur möglich nach Dauerversuchen mit den beiden Katalysatoren.

II-B-11.

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

1. UNTERSUCHUNGSTHEMA:

Messapparatur für Strömungswiderstand und Wärmeübertragung.

In den Monatsberichten Nr. 1 und 2 haben wir unsere Apparatur zum Messen des Strömungswiderstandes und des Wärmedurchgangskoeffizienten in mit Katalysator gefüllten Röhren erwähnt.

Nachdem diese Untersuchung durch Personalmangel längere Zeit still gelegen hat, haben wir sie nun wieder aufgenommen um die Ursachen der Abweichung zwischen den Resultaten von Chilton & Colburn und den unsrigen aufzuklären.

ZUSAMMENFASSUNG DER UNTERSUCHUNG:

An erster Stelle unterwarfen wir unsere Druckfallmessungen, beschrieben im Bericht Nr. 9072¹⁾ einer näheren Betrachtung, wobei uns auffiel, dass der darin genannte Strömungswiderstand gut mit dem Schrifttum übereinstimmt, während dies bei Messungen in unserer weiten Versuchsröhre (\varnothing 76.5 mm, gegen 17.8 mm im obenerwähnten Bericht) nicht der Fall war.

Bei einigen Versuchsreihen mit nichtgefüllten Röhren kamen wir zu der Folgerung, dass diese Differenz mit der Konstruktion der Enden der Röhren zusammenhängt: einerseits sind die Manometeranschlüsse sehr nahe bei den Endflanschen angebracht, während andererseits die Gaszu- und Abführöffnungen (mit Rücksicht auf eine gute Messung der Ein- und Austrittstemperatur) verhältnismässig eng sind. Dadurch tritt gerade bei den Anschlüssen des Differentialmanometers eine Expansion bzw. Kontraktion auf, die naturgemäss in der weiten Röhre am meisten hervortritt. Damit korrespondiert ein Staudruck, wovon das Zeichen dem Druckfall gerade entgegengesetzt ist, der mit dem Strömungswiderstand zusammenhängt.

Durch Abänderung der Konstruktion hoffen wir diese Schwierigkeiten zu überwinden.

GEPLANTE UNTERSUCHUNG:

Nach Abwandlung der Konstruktion werden wir prüfen ob dadurch der verlangte Effekt erreicht worden ist und darauf die Wärmeübertragung einer eingehenderen Betrachtung unterziehen.

2. UNTERSUCHUNGSTHEMA:

Studium der Wärmewirtschaft und des Reaktionsverlaufs bei zonären katalytischen Reaktionen.

1) "Messung einer Anzahl Hauptdaten, wichtig für die Konstruktion eines Reaktors für die oxydative Umsetzung von Toluol in Benzaldehyd".

Indem wir an Hand von Messungen des Temperaturverlaufs im Inneren des Katalysators und an der Wand des Reaktors die Wärmeentwicklung bei der Umsetzung von Methanol in Formaldehyd stellenweise schätzten, gewannen wir den Eindruck, dass im Anfang bei Silbergewebekatalysator starke Oxydation und später mehr Dehydrierung stattfindet.

Zur Präzisierung dieses vermuteten Bildes haben wir mit der Ausführung einer Versuchsreihe angefangen, wobei Muster der Reaktionsgase an verschiedenen Stellen aus dem Reaktor gezogen werden.

ZUSAMMENFASSUNG DER UNTERSUCHUNG:

Bei der ersten Versuchsreihe, wobei Silbergewebe als Katalysator benutzt wurde, konnten wir nicht zu reproduzierbaren Resultaten gelangen. Selbst wenn das Muster dicht beim Ende des Katalysators gezogen wurde, wurde wiederholt eine Gaszusammensetzung gefunden, die stark von der des durchschnittlich aus dem Katalysator austretenden Gasgemisches abwich. Dies hängt höchstwahrscheinlich zusammen mit der Tatsache, dass das Silbergewebe nicht an allen Stellen gleich kompakt aufgerollt ist und nicht überall gleich dicht gegen die Wand liegt. Demzufolge tritt "Kanalbildung" auf, und auch - da die Gasströmung laminär ist und also keine Mischung durch Turbulenz stattfindet - ein Unterschied in der Musterzusammensetzung.

Da es also schwierig sein wird mit Silbergewebe zu reproduzierbaren und brauchbaren Resultaten zu kommen, sind wir nun erst dazu übergegangen einen Katalysator aus Silber auf feinkörnigem Bimsstein zu benutzen. Durch Festklopfen kann die Rohrfüllung dabei gut homogenisiert und "Kanalbildung" vermieden werden.

Die ersten Messungen, die jetzt denn auch gut reproduzierbar sind, zeigen, dass die Zusammensetzung der Gase bereits gut eine Zeitlang nach dem Beginn des Katalysators praktisch nicht von der Endzusammensetzung verschieden ist. Bei diesem Katalysator findet also die Umsetzung völlig in der engen Zone der hohen Temperatur im Anfang der Katalysatorfüllung statt, so dass die Reaktion mit viel weniger Katalysator gleich gut verlaufen muss.

GEPLANTE UNTERSUCHUNG:

Wir werden diese Unterstellung selbstverständlich experimentell zu beständigen Versuchen und danach nochmals Versuchen mit Silbergewebefüllung zu zuverlässigen Ergebnissen zu gelangen.

II-B-12.

PHYSIKALISCH-CHEMISCHE UNTERSUCHUNGEN
ÜBER KATALYSE UND KATALYSATOREN.1. UNTERSUCHUNGSTHEMA:

Messung der Oberfläche von Kupfer-Magnesiumoxyd-Katalysatoren.

ZUSAMMENFASSUNG DER UNTERSUCHUNG:

Teilweise infolge Mangel an flüssigem Sauerstoff, teilweise weil die Apparatur für andere Probleme benötigt war, wurden die Messungen in der Berichtsperiode nicht weitergeführt. Wir arbeiteten jedoch intensiv an Adsorptionsmessungen bei höherer Temperatur (4tes. Untersuchungsthema).

2. UNTERSUCHUNGSTHEMA:

Bestimmung der katalytischen Aktivität von Kupfer-Magnesiumoxyd-Katalysatoren.

ZUSAMMENFASSUNG DER UNTERSUCHUNG:

Die im vorigen Bericht erwähnte Apparatur wurde geprüft, wobei wir jedoch auf unerwartete Schwierigkeiten gestossen sind, mit deren Behebung wir uns noch jetzt beschäftigen.

3. UNTERSUCHUNGSTHEMA:

Die röntgenographische Untersuchung von Kupfer-Magnesiumoxyd-Katalysatoren.

ZUSAMMENFASSUNG DER UNTERSUCHUNG:

Es wurde jetzt einwandfrei festgestellt, dass man beim Präzipitieren von Kupfersalzlösungen mit Lauge bisweilen basische Kupfersalze, bisweilen Kupferhydroxyd erhält. Es scheint dabei so zu sein, dass bei niedrigem p_H basisches Salz, bei hohem p_H Hydroxyd vorzugsweise gebildet wird. Studien an binären Katalysatoren weisen darauf hin, dass bei Anwesenheit von Magnesium die Neigung zur Bildung des basischen Salzes geringer wird.

Wir können jetzt in binären Katalysatoren feststellen, ob im nicht reduzierten Zustand das Kupfer als basisches Salz oder Hydroxyd anwesend ist und es wird interessant sein festzustellen, ob dies Einfluss auf die katalytische Aktivität ausübt. Das bestimmte Säurereste wie z.B. Sulfationen die katalytische Aktivität sehr beeinträchtigen können, ist zwar bekannt, aber den Einfluss von Nitrat-ion kennen wir nicht. Auf der anderen Seite bleibt es erwünscht zu wissen ob ein Katalysator, hergestellt aus Sulfat bei hohem p_H und in dem röntgenographisch kein basisches Sulfat nachweisbar ist, tatsächlich aktiv ist oder ob adsorbierte Sulfat-ionen schon genügen und die Aktivität zu vernichten.

4. UNTERSUCHUNGSTHEMA:

Adsorptionsmessungen bei höheren Temperaturen an Kupfer-Magnesiumoxyd-Katalysatoren.

ZUSAMMENFASSUNG DER UNTERSUCHUNG:

In unserem neuen Apparat wurden die ersten Messungen über aktivierte Adsorption von Wasserstoff an reduzierten Kupfer-Magnesiumoxyd-Katalysatoren ausgeführt. Zuerst war eine Vorrichtung gebaut worden um das Präparat in Situ reduzieren zu können. Weiter wurde besonders ausprobiert wie die Präparate entgast werden mussten um reproduzierbare Werte für die Adsorption zu erhalten. Es stellte sich dabei heraus, dass es notwendig war das Präparat zwischen Messpunkten verschiedener Temperatur einer Isobare lange Zeit gründlich zu entgasen. Nachdem all diese Vorarbeit geleistet war, wurde mit der Messung einer Isobare ($p = 26.5$ mm Hg) an einem Kupfer-Magnesiumoxydpräparat (1 Cu : 4 MgO) angefangen und zwar wurde der Temperaturbereich von etwa -183° C bis $+200^\circ$ C untersucht. Es stellte sich dabei heraus, dass zwischen etwa -78° C und $+80^\circ$ C die Adsorption bei konstantem Druck mit steigender Temperatur zunimmt, dass in diesem Gebiete also die sogenannte "aktivierte Adsorption" tatsächlich auftritt.

Die Messungen werden fortgesetzt.

II-B-13.

AUFBAUREAKTIONEN DURCH PHOTO-
CHEMISCHE ENDSTÄNDIGE ANLAGE-
RUNG VON HALOGENWASSERSTOFF
AN OLEFINE.

Im Anschluss an die im Monatsbericht Nr. 3 beschriebene photochemische Anlagerung von HBr an Olefine wurde noch zur Abschliessung der Untersuchung die "peroxydische" Anlagerung, also ohne ultraviolettes Licht, ergänzend studiert.

Um nämlich die Kosten eines derartigen Verfahrens im Vergleich zu denen des photochemischen Verfahrens beurteilen zu können, wurde geprüft wieviel Peroxyd benötigt ist für eine angemessene Umsetzung in das verlangte Produkt mit endständig gebundenem Halogen.

Es stellte sich heraus, dass wenigstens 0.5 % Benzoylperoxyd in bezug auf Allylchlorid erforderlich ist für eine gute Umsetzung. Wegen des hohen Preises von Benzoylperoxyd ist das Verfahren auf diesem Wege wesentlich teurer als das auf photochemischem Wege.

Da sich nun während dieser Versuche ergeben hatten dass "natürliche" Peroxyde, die in Allylchlorid, durch Einwirkung des Luftsauerstoffes entstehen, die Reaktion wesentlich beschleunigen, wurde, mit Rücksicht auf die technischen Aspekte, eine Reihe Versuche auf diesem Gebiete eingesetzt, deren Ergebnisse wir im nächsten Monatsbericht erwähnen werden.

Der Bericht, der eine Zusammenfassung sämtlicher auf photochemischem Gebiete ausgeführten Arbeit gibt, nähert sich der Vollendung.

II-B-14.

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

Im vorigen Bericht wurde eine fundamentelle Untersuchung nach der induzierenden Wirkung einer Reihe Stoffe auf die Polymerisation von Propen besprochen.

Die betreffenden Versuche wurden bei einer Reaktions-temperatur von 300°C und einem Druck von etwa 250 Atm. ausgeführt. Bei dieser Untersuchung wurden einige Anreger mit einer Anregerausbeute von etwa 100 gefunden. Da es möglich ist, dass bei anderen Reaktionstemperaturen die Anregerausbeuten von den bei den obenerwähnten Reaktionsbedingungen gefundenen abweichen, haben wir eine Untersuchung nach dem Temperatureinfluss auf die Anregerausbeute angestellt. Als Anreger wählten wir einen der besten bisher gefundenen Anreger, nämlich das Nitroäthan.

Bei einer Reaktionsdauer von $1\frac{1}{2}$ Stunden fanden wir ein Maximum in der Anregerausbeute von etwa 100 bei Temperaturen von 320 bis 350°C . Bei 275°C betrug dies 15 und bei 375°C 40.

Bei näherer Prüfung stellte sich heraus, dass bei den Temperaturen unter 320°C eine Reaktionszeit von $1\frac{1}{2}$ Stunden nicht genügte für eine vollständige Zersetzung des Nitroäthans. Bei fortgesetzter Erwärmung (bis etwa 7 Stunden bei 285°C) steigt die Anregerausbeute bei diesen Temperaturen bis den gleichen Wert von etwa 100. Die Anregerausbeute von Nitroäthan ist also von 285°C bis 350°C unabhängig von der Temperatur und senkt erst über etwa 350°C .

Wir sind nun damit beschäftigt den Einfluss der Temperatur auf die Anregerausbeute von Azopropan zu prüfen.

In der Berichtsperiode wurden weiter einige Daten über den Einfluss der Beschaffenheit und Grosse der Wand des Reaktionsgefässes und des Zusatzes von Verunreinigungen erhalten.

Was den Einfluss der Beschaffenheit der Wand anbelangt, hat sich herausgestellt, dass die Anregerausbeute eines bestimmten Anregers oft stark variiert bei Anwendung verschiedener Autoklaven. Ein inaktiver Autoklav kann oft wieder aktiv werden, wenn die Wand gereinigt wird. Wandvergrößerung hatte den folgenden Einfluss: Mit Benzoldiazodimethylamid als Anreger fanden wir bei 300°C und 250 Atm. in einem Autoklav von 1 Liter Inhalt, dessen Innenoberfläche 0.06 m^2 betrug, eine Anregerausbeute von 45. Nach Anbringen von 0.3 m^2 Glaswand (in Form von Pyrex Glasscherben) betrug die Anregerausbeute unter übrigens gleichen Versuchsbedingungen 35. Der Einfluss der Wandvergrößerung ist also ziemlich klein.

Bei der Untersuchung nach der Beeinflussung der Anregerausbeute durch Verunreinigungen, womit wir beabsichtigten zu prüfen, ob bei vollkommenem Ausschluss von Verunreinigungen die Anregerausbeute eines gleichen Anregers zu steigern war, stellte sich heraus, dass ziemlich grosse Mengen Schmieröl, Wasser oder Schwefel überhaupt keinen Einfluss hatten. Dagegen hatte Kohlenstoff in Form von Noritpulver, Gasruss oder Graphit wohl eine wesentliche Abnahme der Anregerausbeute zur Folge. Ob dieser Einfluss auf den Kohlenstoff an sich zurückzuführen ist, oder ob hier nur Wandvergrösserung eine Rolle spielt, werden wir noch versuchen ausfindig zu machen.

II-B-15.

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

UNTERSUCHUNGSTHEMA:

Untersuchung der korrosiven Wirkung von Naphthensäure auf Aluminium und Silumin.

Um die Korrosion quantitativ bestimmen zu können, musste eine Aluminiumoxydbestimmung neben Aluminium ausgearbeitet werden.

ZUSAMMENFASSUNG DER UNTERSUCHUNG:

An erster Stelle ergab sich bei einer Voranalyse des Silumins, dass der Lieferant überhaupt kein Silumin geliefert hat. Der Si-Gehalt betrug nur etwa 0.3 %. Die Versuche mit Silumin werden also wiederholt werden.

Zur Bestimmung des Al_2O_3 neben Al wurde eine gasometrische Methode entwickelt, wobei der durch das Al freigekommene Wasserstoff gemessen wird.

Es wurde eine Anzahl Versuchsbestimmungen ausgeführt, wodurch die Brauchbarkeit der Methode bestätigt wurde.

GEPLANTE UNTERSUCHUNG:

Eine Anzahl bereit liegende Stäbchen Al, die teilweise mit Al_2O_3 bedeckt sind, werden einer qualitativen Analyse unterworfen werden.

II-B-16.

GASANALYSE DURCH VERDAMPFUNG
IM HOCHVAKUUM.

Mit der im vorigen Monatsbericht beschriebenen Apparatur ist es uns jetzt gelungen befriedigende Analysen von binären Propan - Isobutangemischen auszuführen.

Das zu analysierende Gemisch (wovon eine Mustergrösse von etwa 0.5 cm^3 Gas genügt !) wird kondensiert in ein Gefäss, dessen Wand von oben nach unten eine immer niedriger werdende Temperatur besitzt. Dann wird im Hochvakuum einer Diffusionspumpe bei allmählich steigender Temperatur verdampft und die verdampften Mengen als Funktion der Zeit (und der Temperatur) aufgetragen. Die erhaltene Kurve zeigt bei den obengenannten Gemischen zwei Wendepunkte, woraus sich die Zusammensetzung der Gemische berechnen lässt. Gemische mit 25 bzw. 50 und 75 % Propan wurden mit einer Genauigkeit von $\pm 1\%$ analysiert.

Es lässt sich erwarten, dass auch die Trennungen $C_1-C_2-C_3-(C_3+C_4)-(C_4+C_5)$ möglich sein werden. Untersuchungen hierüber sind jetzt im Gange.

Die Analysenergebnisse sind etwas weniger genau als die der "Lowtra"-Analyse; die Methode hat aber folgende Vorteile:

- a) sie braucht nur sehr kleine Gasmuster (einige cm^3 , während die Lowtra-Analyse wenigstens 8 dm^3 benötigt !);
- b) sie verbraucht nur wenig flüssigen Stickstoff (etwa 2 dm^3);
- c) sie ist ziemlich schnell auszuführen (2 bis 3 Stunden).

-B-17.

BEWEIS VON STRASSENBAUBITUMINA
AUS PARAFFINHALTIGEN BITUMINA.

Es wurden weitere Versuche ausgeführt an Mischungen von demselben Aggregat (siehe Monatsbericht Nr. 4) und Bindemitteln, die immer dasselbe harte Paraffin enthielten, doch wovon das Bitumen verschiedenartige Eigenschaften besass.

Neben dem im obenerwähnten Bericht beschriebenen Bindemittel aus venezolanischem Bitumen wurden jetzt Mischungen untersucht mit Bitumen aus demselben Grundstoff, dessen Eigenschaften durch halbes Blasen abgeändert worden waren, sowie mit einem indischen Bitumen.

Bei Ausarbeitung der Versuchsergebnisse stellte sich heraus, dass bei niedrigeren Temperaturen die Anwesenheit von Paraffin in kristallisierter Form das mechanische Widerstandsvermögen der Mischungen steigert, doch dass bei höheren Temperaturen das in gelöster Form anwesende Paraffin verdünnend auf das Bindemittel wirkt und die mechanischen Eigenschaften nachteilig beeinflusst. Letzteres hat zur Folge, dass die Temperaturen, innerhalb deren gewalzt werden kann, sich viel näher kommen, was im Zusammenhang mit der Abkühlung des Materials zu Schwierigkeiten führt, falls mehr als etwa 10 % Paraffin (auf Bindemittel = 100) anwesend ist.

Die Stabilität der Strassendecke bei der höchsten auf der Strasse auftretenden Temperatur wird schädlich beeinflusst, wenn mehr als etwa 4 % Bitumen im Bindemittel vorgefunden wird. Diese zweite Grenze ist also schärfer und ist als massgebend für Asphaltmörtelmischungen zu betrachten. Näheres Studium ergab, dass diese Grenze annähernd für die verschiedenen Bitumina eingehalten werden darf.

Falls die Strassenbaumischungen Steinschlag enthalten, kann letztgenannte Grenze sicher höher gestellt werden. Welche Paraffinmenge für solche Mischungen mit Rücksicht auf das Walzen zulässig ist, wird erst bestimmt werden können, nachdem die Walzversuche auf derartige Mischungen genügend vorgeschritten sind.

*Paraffin
Löslichkeit
Verhalten*

2

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 DÜNN-
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.

In vorigen Monatsberichten haben wir beschrieben wie verschiedene Produkte aus dem Motor analysiert worden sind.

Daneben untersuchen wir auch Oxydationsprodukte, die in verschiedener Weise im Laboratorium aus Ölen hergestellt wurden.

Wir hatten bereits früher festgestellt, dass Oxydationsschlamm von BE 3 (einem venezolanischen Raffinat) einen Sauerstoffgehalt von 8.7 % hat. Dieser Schlamm war im Öl entstanden bei einem Oxydationsversuch, bei dem während 18 Stunden bei 200° C Luft durch das Öl geführt worden war. Dabei war 2.3 % Oxydationsschlamm entstanden. Dieser Schlamm ist nach Abscheidung benzollöslich.

Im Motor finden wir regelmässig Absetzungsprodukte mit einem höheren Sauerstoffgehalt. Von vielen derartiger Produkte haben wir nachgewiesen, dass sie Analogie mit unvollständigen Verbrennungsprodukten aus dem Verbrennungsraum aufweisen. Es ist nun aber wichtig zu wissen, ob Produkte mit einem hohen Sauerstoffgehalt auch auf andere Weisen entstehen können. Es ist z.B. sehr gut möglich, dass zwar der erste Oxydationsschlamm, der sich im Öl bei Flüssigkeitsoxydation bildet, einen niedrigen Sauerstoffgehalt hat, doch dass bei fortgesetzter Oxydation, wobei der Prozentsatz Schlamm steigt, auch der Sauerstoffgehalt zunimmt. Dazu haben wir Schlämme untersucht von höherem Oxydationsgrad als die obenaufgeführten, nämlich nach 48- und 76-stündiger Oxydation von BE 3 bei 200°C, wobei sich 17 bzw. 27 % Oxydationsschlamm gebildet hatten. Während bei niedrigen Schlammprozentzahlen das Öl vollkommen klar bleibt, ist bei einem Prozentsatz von 17 % mikroskopisch bereits Abscheidung zu beobachten, und bei 27 % bildet das Öl eine dicke schuwichseartige Masse, in der sich deutlich sichtbar Schlamm abgeschieden hat. Scheidet man diese Schlämme mit 60/80 Benzin völlig ab, so stellt sich heraus, dass sie im Gegensatz zu dem niedrigprozentigen Schlamm nicht mehr ganz in Benzin und Alkohol-Benzolmischung (1 : 1) löslich sind. Von ersterem sind etwa 3 %,

von letzterem etwa 50 % unlöslich geworden. (Dieser unlösliche Teil ist nur noch löslich in Trikresylphosphat).

Wir haben nun von den beiden Schlämmen (17 und 27%) sowohl vom in Benzol löslichen wie unlöslichen Teil Elementaranalysen ausgeführt, die nachstehend folgen.

TABELLE 4.

	C	H	S	N	Asche	O
17 % Schlamm lösli. Teil	81.3	7.0	3.9	0	0	7.8
27 % Schlamm lösli. Teil	79.0	6.9	3.5	0	0	10.6
17 % Schlamm unlösli. Teil	78.3	6.7	3.6	0	1.8	9.8
27 % Schlamm unlösli. Teil	78.7	6.3	3.4	0	0.2	11.4

Man sieht, dass der O-Gehalt selbst bis auf 27 % Schlamm nur noch wenig zunimmt; weiter ist auch der O-Gehalt des unlöslichen Teiles nur wenig höher.

Diese Produkte einer fortgesetzten Oxydation in Flüssigkeitsphase unterscheiden sich also deutlich von den Lackartigen Produkten, welche einen O-Gehalt von 20 % oder mehr haben.

II-C-2.

OXYDATIONSBESTÄNDIGKEIT VON SCHMIER- ÖLEN IM ZUSAMMENHANG MIT DER KONSTITUTION DER AUSGANGSSTOFFE.

UNTERSUCHUNG

Die Ausarbeitung einer Analysenmethode zur Bestimmung von Schmierölharzen.

Im Monatsbericht über Mai beschrieben wir den Einfluss des Verhältnisses Adsorbens : Öl auf die Harzprozentätze, die man bei der Adsorptionsanalyse von Schmierölen findet. In zwei Tabellen wurde damals dargestellt, dass der Harzgehalt mit einem zunehmenden Verhältnis Adsorbens : Öl zunimmt.

Dies bedeutet, dass bei Anwendung einer gleichen Menge Adsorptionsmaterial in einem Öl mit viel Harz ein zu niedriger, und in einem Öl mit wenig Harz ein zu hoher Prozentsatz gefunden wird. Für eine praktische Anwendung der Harzanalyse ist dies sehr bedenklich und wir haben deshalb eine Methode entwickelt, die diesem Nachteil abhilft.

ZUSAMMENFASSUNG DER UNTERSUCHUNG:

Das neue Verfahren besteht grundsätzlich darin, dass man zwei Adsorptionssäulen benutzt. Die Ölmenge, die der ersten Säule zugeführt wird, ist derart, dass jedenfalls sämtliches Harz und eventuell noch ein Teil der Kohlenwasserstoffe adsorbiert wird. Bei verschiedenen Ölen ist das Harz also mehr oder weniger mit Kohlenwasserstoffen verdünnt. Von dieser Mischung wird nun immer eine bestimmte Menge in der zweiten Adsorptionssäule behandelt und durch Eluieren in die eigentliche Harzfraktion und die Pufferfraktion getrennt.

Nachstehende Tabelle lässt ersehen, dass sogar bei ausserordentlich grossen Schwankungen im Verhältnis Adsorbens : Öl (Harz) der Harzgehalt sich nur wenig ändert.

TABELLE 5.

Untersuchtes Öl	Analysierte Ölmenge schlammfrei in Pentan	Harzgehalt
Amerik. CY 2 APC 263	15 g	1.0 %
idem	5 "	1.2 "
BE 3 TMC 2601	10 "	2.6 "
idem	5 "	3.2 "
idem	2.5 "	3.7 "
BE 3 TMC 2601 nach 60 Stunden im Caterpillar	10 "	6.0 "
idem	5 "	6.6 "
idem	2.5 "	7.1 "
Amerik. CY 2 APC 263, nach 11 Stunden im Deutz (Glykollösung)	10 "	14.3 "
idem	5 "	15.3 "
idem	2.5 "	15.4 "

Die Normalharzbestimmung unter Anwendung von zwei Adsorptions Säulen wird nun so ausgeführt, dass man bei jedem beliebigen Öl immer 5 g des schlammfreien Öls, in Pentan gelöst, auf die erste Säule bringt und die Harze abscheidet. Von dieser "rohen" Harzfraktion löst man sodann 500 mg in Benzol und extrahiert daraus in der zweiten Säule die eigentlichen Harze. Die Schlammabscheidung und Bestimmung mit einbegriffen fordert diese Analyse etwa einen Tag Arbeit.

GEPLANTE UNTERSUCHUNG:

Es wäre erwünscht durch Trennung mit verschiedenen Lösungsmitteln das Harz in Fraktionen von kennzeichnender Zusammensetzung trennen zu können, um so mittels einer Harzanalyse nicht nur über die Menge sondern auch über die Zusammensetzung des Harzes informiert zu werden. Wir werden dementsprechende Versuche anstellen.

II-C-3.

FESTSETZUNG DER AN KONSISTENTE
FETTE ZU STELLENDEN ANFORDERUNGEN
UND ENTWICKLUNG GEEIGNETER PRÜF-
METHODEN.

Wegen Erkrankung des Berichterstatters wird die Berichterstattung über diesen Gegenstand bis folgendes Mal aufgeschoben.

II-C-4.

ENTWICKLUNG UND VERBESSERUNG VON
LABORATORIUMSMETHODEN ZUR FEST-
STELLUNG VON ABNÜTZUNG UND ALTE-
RUNG VON SCHMIERÖLEN IM MOTOREN-
BETRIEB.

UNTERSUCHUNGSTHEMA:

Abnutzungsversuche mit Vierkugelapparat unter Ausschaltung von Luftsauerstoff.

Die Versuche mit dem Vierkugelapparat ohne Schmieröl wurden bei einer Belastung von etwa 10 kg/cm² und einer Gleitgeschwindigkeit von 25 cm pro Sek. fort-

gesetzt. Wir führten einige Versuche in Luft und im Stickstoffstrom aus. Die Resultate mit vorher auf eine Kontaktfläche von etwa 2 mm Ø abgenutzten Kugeln, folgen nachstehend.

TABELLE 6.

Abnutzungsversuche mit Stahlkugeln. Durchschnittlicher Flächenndruck etwa 10 kg/cm², Gleitgeschwindigkeit etwa 25 cm pro Sek. Versuchsdauer 1 Stunde.

	Kontaktfläche Ø vor dem Versuch	Idem nach dem Versuch	Vergößerung durch Abnutzung während des Versuchs
in Luft	1,90 mm	2,42 mm	0,52 mm
Duplobest.	1,88 "	2,43 "	0,55 "
In Stickstoffstrom (etwa 500 l/St.)	2,20 "	2,28 "	0,08 "
Duplobest.	2,10 "	2,27 "	0,17 "
Triplobest.	1,80	1,97	0,17 "

Es zeigt sich, dass in Stickstoff weit weniger Abnutzung auftritt als in Luft. Herabsetzung der Gleitgeschwindigkeit von 50 m/Sek. (siehe Monatsbericht Nr. 4, Seite 33) auf 25 cm/Sek. hat auf die Abnutzung in Luft wenig Einfluss und senkt die Abnutzung in Stickstoff vielleicht ein wenig.

GEPLANTE UNTERSUCHUNG:

Wir werden diese Versuche noch einmal wiederholen mit Stickstoff, aus dem wir den noch anwesenden Sauerstoff (etwa 0.3 %) entfernt haben. Weiter werden wir versuchen den Schliff der Versuche in Luft und Stickstoff zu analysieren.

2. UNTERSUCHUNGSTHEMA:

Abnutzungsversuche im Motor.

Die Schwefelanalysen der Auspuffgase eines Benzinmotors wurden fortgesetzt.

Nach der im Monatsbericht Nr. 5 (Seite 42) erwähnten Analysenmethode wurde eine Anzahl SO₂-Bestimmungen ausgeführt von den Auspuffgasen des Deutz Motors, der auf Benzin mit 0.5 % S lief. Diese Ergebnisse erwiesen sich als sehr schlecht reproduzierbar.

Es ist bekannt, dass Kohlensäure unter bestimmten Bedingungen mit Natriumthiosulfat reagieren kann unter Bildung von Natriumbisulfit. Um eine solche Möglichkeit auszuschliessen, wurden einige Versuche ausgeführt, wobei die Auspuffgase durch angesäuerte Kaliumbichromatlösung geführt wurden. Auch die Ergebnisse dieser Versuche zeigten eine grosse Streuung.

Es besteht die Möglichkeit, dass die Auspuffgase, die eine ziemlich lange Leitung zwischen Motorauspuff und Waschflaschen passieren müssen, dabei bis unter den Taupunkt abgekühlt werden. Dabei könnte sich SO_2 im kondensierten Wasser lösen und dies könnte eine schlechte Reproduzierbarkeit zur Folge haben. Wir werden aus diesem Grunde die Leitung zwischen Motorauspuff und Wasserflaschen verkürzen und elektrisch erwärmen.

II-G-5.

UNTERSUCHUNG MECHANISCHER EIGENSCHAFTEN VON STRASSENBAUMISCHUNGEN.

Im Zusammenhang mit der Rissbildung in Strassendecken wurde es für wünschenswert gehalten, das Verhalten von Bitumen-Mineralaggregatmischungen unter Zugbelastung zu studieren (Zugprobe). Als Nachteile, die den bekannten Ausführungsweisen (Michaëlis, Wilson, Bierhalter) anhaften, gelten kurzgefasst:

- a) ungenügende Kenntnis der Spannungen im Probekörper;
- b) ungenügende Kenntnis der Deformationsgeschwindigkeit des Materials;
- c) ungenügende Homogenität des Materials.

Zwecks Überwindung dieser Nachteile wurde nach vielem Experimentieren beschlossen auf zylinderförmige Probekörper überzugehen und diese mit gleichfalls zylinderförmigen verstärkten Köpfen zu versehen, auf welche die Kraft mittels Stahlringe ausgeübt wird. Bei der Bildung der Probekörper werden diese Ringe genau parallel gehalten, so dass im Zugapparat kein Biegemoment auf den Stab ausgeübt werden kann und eine reine Zugstärke gemessen wird.

Bei dieser Ausführungsweise werden ansemmen reproduzierbare Ergebnisse erzielt.

II-C-6.

RHEOLOGIE VON BITUMEN UND
UNTERSUCHUNG NACH DER WAS-
SERDURCHLÄSSIGKEIT.

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

II-C-7.

ASPHALTBITUMENANWENDUNGEN IN
DER INDUSTRIE UND IM BAUGEWERBE.

Da während der Berichtsperiode sämtliches
Personal der betreffenden Abteilung mit externen Aufträgen
beschäftigt war, wurde keine nennenswerte Arbeit auf dem
Gebiete der B.P.M.-Forschungsarbeiten ausgeführt.

II-C-8.

VERBESSERUNG DER RHEOLOGISCHEN
EIGENSCHAFTEN VON BITUMEN DURCH
ZUSATZ HOCHMOLEKULARER STOFFE.

UNTERSUCHUNGSTHEMA:

Prüfung ob das rheologische Verhalten von
Asphaltbitumen sich für besondere Zwecke durch Mischen
mit verhältnismässig geringen Prozentsätzen Kunstharze
verbessern lässt.

Hierzu sollte zunächst eine Anzahl Mischungen
einiger Sorten Asphaltbitumen mit verschiedenen Kunst-
harzen in variierenden Prozentsätzen bereitet, und
danach die Veränderung in Eigenschaften bestimmt werden.
Mit einem geblasenen Asphalt (R 85/40) war das gelungen,
bei Monokromo Asphaltbitumen zeigte sich aber, dass tem-
peraturempfindliche Asphaltbitumina sich nicht bei der
angeblich erforderlichen Temperatur (110-120° C) walzen
liessen.

ZUSAMMENFASSUNG DER UNTERSUCHUNG:

Die Verteilung von Polyvinylchlorid in Wonokromo Asphaltbitumen, die bei hoher Temperatur der Mischwalzen keinen Erfolg hatte, konnte nunmehr gut erzielt werden durch Erniedrigung der Temperatur der Walzen bis etwa 60° C.

Indem wir die Temperatur- und Zeit-Bedingungen abänderten, gelang es uns makroskopisch homogene Mischungen von Polyvinylchlorid sowohl in Wonokromo Asphaltbitumen wie im geblasenen Asphaltbitumen R 85/40 in niedrigen sowie in hohen Konzentrationen zu erhalten.

Auf diese Weise im Asphaltbitumen einkorporiert, verleiht der hochmolekulare Stoff diesem noch keine besonderen Eigenschaften, sondern verhält sich hauptsächlich wie ein neutraler Füllstoff. Erst nachdem die Mischung auf eine höhere Temperatur gebracht worden ist (diese Temperatur soll unterhalb der Zersetzungstemperatur des Polyvinylchlorids liegen), wird eine Änderung in Eigenschaften festgestellt.

In nachstehendem Beispiel wird dies verdeutlicht.

TABELLE 7.

		R & B	Pen./25°	P.I.
85 Teile Wonokromo) nach Mischung	51.5	48	- 0.9
15 " Polyvinylchlorid				
idem	nach Erwärmung auf etwa 100° C	60.5	25½	- 0.5
85 Teile R 85/40) nach Mischung	92.5	34½	+ 4.8
15 " Polyvinylchlorid				
idem	nach Erwärmung auf etwa 120° C	105.5	29	+ 5.8

In bezug auf die ursprünglichen Bitumina beträgt die Zunahme in P.I. bei Wonokromo von $-1\frac{1}{2}$ auf -0.5 , bei R 85/40 von $+4.0$ auf $+5.8$.

Da das Inkorporieren des hochmolekularen Stoffes im Asphaltbitumen auf diese Weise ohne Schwierigkeiten verläuft bei nicht zu hoher Temperatur der

Walze, hat es wenig Zweck einen Stabilisator zuzusetzen zur Verhinderung der Zersetzung von Polyvinylchlorid, in welcher Richtung wir ursprünglich die Schwierigkeiten bei der Inkorporierung umgehen wollten (siehe Monatsbericht Nr. 4).

In bezug auf die Veränderung in Eigenschaften, die eintritt nachdem die Mischung einige Zeit auf höhere Temperatur gehalten wird, ist folgendes zu bemerken:

Wir unterstellen, dass die Kunstharzteilchen im Asphaltbitumen auf Kosten der Maltene schwellen. Die Konzentration der Asphaltene im restlichen Teil der Maltene wird dadurch höher, was den Anstieg des P.I. erklärt. Aus orientierenden Versuchen geht hervor, dass diese Schwellung hauptsächlich durch die aromatischen Bestandteile der Maltene verursacht wird: sie findet nicht statt in reinen Paraffinkohlenwasserstoffen. Die diesbezüglichen Versuche sind jedoch noch nicht beendet.

Versuche, bei denen dem Bitumen-Kunstharz-Gemisch ein Stabilisator zugesetzt wurde um die Schwellungstemperatur steigern zu können, hatten keinen Erfolg, da in diesem Bitumenmilieu die zugesetzten Stoffe ihre stabilisierende Wirkung verloren. Die Nachbehandlung dieser Bitumen-Kunstharz-Gemische soll also immer unter der Zersetzungstemperatur der hochmolekularen Verbindung erfolgen. Für Polyvinylchlorid beträgt diese Temperatur höchstens 125° C.

GEPLANTE UNTERSUCHUNG:

Zur Gewinnung einer näheren Einsicht in die Schwellungserscheinung wird das Polyvinylchlorid in ein weiches Asphaltbitumen (z.B. 80/100), in die daraus bereiteten Maltene und in Paraffinöl inkorporiert werden.

II-C-9.

ENTWICKLUNG IDEALER BRENNER ZUM HEIZEN, SCHNEIDEN UND SCHWEISSEN MIT PROPAGAS UND BUTAGAS.

Der zusammenfassende Bericht ist jetzt in Entwurf fertig. Inzwischen wurde die experimentelle Arbeit wieder in Angriff genommen. Darüber wird im nächsten Monat berichtet werden.

II-D. BEREITUNG VON
CHEMISCH-INDUSTRIELLEN
ERZEUGNISSEN AUF PETRO-
LEUMGRUNDLAGE.

=====

II-D-1.

NEUE CHEMISCHE VERBINDUNGEN
DURCH OXYDATION VON OLEFINEN
AUS DER GASÖLSTRECKE.

UNTERSUCHUNGSTHEMA:

Katalytische Oxydation von Ceten mit Luft.

In Erwartung der Entscheidung über die Frage, ob diese Untersuchung wohl oder nicht fortgesetzt werden soll, wurde in der Berichtsperiode an diesem Gegenstand nicht gearbeitet.

*11. Katalysator
kann
wird z
ist
B*

II-D-2.

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

UNTERSUCHUNGSTHEMA:

Ersetzung des Osmiumkatalysators durch einen Katalysator auf Basis anderer schwerer Metalle.

ZUSAMMENFASSUNG DER UNTERSUCHUNG:

Von den Metalloxyden wurde noch Ceriumoxyd auf seinen katalytischen Einfluss geprüft, jedoch ohne Erfolg.

Wegen Erkrankung des mit dieser Untersuchung betrauten Akademikers wurde die Arbeit darauf zeitweilig eingestellt.

004313

- 41 -

II-D-3.

KONDENSATION HALOGENHALTIGER
VERBINDUNGEN DURCH ENTZIEHUNG
DES HALOGENS.

Da die betreffende Abteilung völlig mit der Bereitung organischer Präparate für andere Abteilungen beschäftigt war, wurde an obengenannten Gegenstand in der Berichtsperiode nicht gearbeitet.

II-D-4.

ISOLIERUNG VON NICHT-KOHLLENWASSER-
STOFFEN AUS ERDÖLFRAKTIONEN UND
DEREN VERWENDUNG IN DER CHEMISCHEN
INDUSTRIE.

UNTERSUCHUNGSTHEMA:

Konzentrierung stickstoffhaltiger Produkte
in Rohöl.

ZUSAMMENFASSUNG DER UNTERSUCHUNG:

Die chromatographische Absorption von 1 kg von flüchtigen Bestandteilen und Asphaltenen befreitem Erdöl (N 0.34 %; S 1.15 %) ergab die folgenden Resultate.

Die Eluierung mit Pentan des an Florida-Erde absorbierten Öles ergab erst eine erhebliche Menge farblose zu schwachgelb gefärbte Kohlenwasserstoffe, welche frei von Stickstoff und Schwefel waren. Weitere Behandlung mit Pentan ergab nur geringe Mengen stickstoffhaltiger Fraktionen (N-Gehalt 0.83 %, S-Gehalt 2.1 %). Eluierung mit Benzol ergab anfänglich eine etwas grössere Menge stickstoffhaltigen Produktes, worauf eine Anzahl sehr kleiner Fraktionen folgten (N 1.45 %, S 1.55 %). Darauf fand eine Eluierung mit Benzol + 2 % Alkohol statt, was anfangs gleichfalls eine Zunahme der Menge zur Folge hatte (N 1.3 %, S 4.0 %), die sich jedoch nicht behaupten konnte.

Wir können hieraus schliessen, dass nach Entfernung der Hauptmasse der Kohlenwasserstoffe die stickstoffhaltigen Produkte über die ganze Säule verbreitet sind und dass zwischen den mit den 3 verschiedenen Eluierungsmitteln erhaltenen Fraktionen keine wesentlichen

Differenzen bestehen. Sie wurden denn auch zusammengefügt und über verschiedene Adsorbentia nach der chromatographischen Methode behandelt. Über Floridin, Kalk, Borsäure und Aluminiumoxyd konnte jedoch keine gute Trennung erhalten werden. Mit einer Anzahl anderer Absorptionsmittel wird die Untersuchung fortgesetzt.

Weiter wird auch die Asphaltfraktion, in Benzol gelöst, auf analoge Weise untersucht werden.

II-D-5.

UNTERSUCHUNGEN NACH DER QUALITÄTS-
VERBESSERUNG VON ESTERSALZEN AUS
ERDÖLOLEFINEN 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 PFLANZEN SCHUTZ-
 MITTELN.

=====

II-E-1.

WEITERE ENTWICKLUNG VON INSEK-
 TIZIDEN FÜR SOMMERSPRITZUNG.

UNTERSUCHUNGSTHEMA:

Suchen nach neuen organischen Insektiziden zur Ersetzung von Nikotin.

Für diese Untersuchung betr. den Zusammen-
 hang zwischen chemischer Struktur und Toxizität war eine Serie Benzen-, Naphthalen- und Tetralenderivate hergestellt, die in dispergierter Form in 0.5 %-iger Konzentration geprüft werden sollten.

Es war eine allgemein anwendbare Methode gefunden um die zu untersuchenden Stoffe zu dispergieren, nämlich durch Lösung des Stoffes in einem wasserunlöslichen Lösungsmittel zusammen mit einem Emulgator, und durch nachträgliche Emulgierung der erhaltenen Lösung in Wasser. Es stellte sich jedoch heraus, dass für einige Stoffe aus den zu untersuchenden Reihen kein wasserunlösliches, nicht-toxisches Lösungsmittel gefunden werden konnte, in dem diese Stoffe sich genügend lösten.

ZUSAMMENFASSUNG DER UNTERSUCHUNG:

Die obenerwähnten Stoffe, wofür wir kein geeignetes Lösungsmittel finden konnten, wurden auf andere Weise dispergiert (z.B. über eine Lösung in Aceton oder durch Zerstäuben des mit Talg gemischten Stoffes), wonach also die ganze Reihe für biologische Bestimmung der Wirksamkeit fertig war.

Die Prüfung der Stoffe erfolgt ausser bei der schon genannten Konzentration von 0.5 %, jetzt in den meisten Fällen auch bei 1 %. Bei jeder Konzentration wurde der Stoff in zwei Dosierungen, nämlich 2.4 und 7.2 mg Spritzflüssigkeit per cm² Blatt verspritzt.

Bei den auf diese Weise erhaltenen Daten fällt gleich auf, dass nur ein einziger der untersuchten Stoffe eine Wirkung zeigt, die einigermaßen mit der des Nikotins verglichen werden kann und zwar aus einer Reihe von 8 Rhodaniden das n-Dodecylrhodanid und der im Lethan vorkommenden β -Butoxy- β 'Thiocyano-diäthyläther. Bei einer Konzentration von 0.2 % und einer Dosierung von 7.2 mg per cm² ergaben diese Stoffe nämlich eine Abtötung von 98 bzw. 97 %, während 0.1 % Nikotin unter übrigens gleichen Bedingungen 99 % ergab.

Aus der Literatur ist jedoch bekannt, dass Rhodanide im allgemeinen stark phytozide sind; sobald die Saison dafür günstig sein wird, werden wir diese beiden Produkte auf ihre Phytozidität untersuchen.

Die übrigen Resultate erscheinen uns wohl geeignet zur Erzielung einer Einsicht in die vorliegende Frage wozu diese Untersuchung dient, nämlich das Erhalten von Daten betr. den Einfluss der Ersetzung bestimmter organischer Gruppen in einigen Rohstoffen auf deren insektizide Wirkung.

Hierüber kann jedoch erst etwas ausgesagt werden, nachdem dieses umfangreiche Material genau berechnet ist und wir die so erhaltenen Daten kritisch studiert haben.

GEPLANTE UNTERSUCHUNG:

Da aus einigen Stichproben hervorging, dass einige der hergestellten Stoffe eine stärkere ovizide als insektizide Wirkung besitzen, wird der grössere Teil dieser Stoffe auch auf ihre ovizide Wirkung untersucht werden und zwar in erster Linie mit Hilfe von Mehlmotteneiern, wobei dem Einfluss der Verabreichungsweise noch besondere Aufmerksamkeit zu widmen ist.

II-E-2.

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

Im Monat September wurden keine Untersuchungen angestellt betreffend die Methodik der Bestimmung der insektiziden, phytoziden und fungiziden Wirkung von Pflanzenschutzmitteln.

II-E-3.

PRAKTISCHE PRÜFUNG UND KONTROLLE
VON PFLANZENSCHUTZMITTELN.ZUSAMMENFASSUNG DER UNTERSUCHUNG:A. Winterspritzmittel.

Die Ernteanalyse, wobei der Einfluss der im März durchgeführten Bespritzung auf den Ertrag und die Qualität des Obstes geprüft wird, wurde auf anderen Versuchsfeldern fortgesetzt.

Die Ergebnisse der ersten Analyse wurden bestätigt. Die Qualität des Obstes der bespritzten Bäume war wieder besser als die des Obstes der unbespritzten Bäume.

Es stellte sich heraus, dass der Ertrag der mit Obstbaumkarbolineum bespritzten Bäume geringer war als der bei den mit Ölemulsionen und Dinitro-o-kresol enthaltenden Mitteln bespritzten Bäumen.

Weiter wurden im Berichtsmonat mehrere Kontrollen im Zusammenhang mit Aufträgen von Dritten ausgeführt.

GEPLANTE UNTERSUCHUNG:

Zu prüfen ist, ob es möglich wäre eine kombinierte Bespritzung gegen Spinnmilbe, Blattläuse und Schorf im Herbst gleich vor dem Laubfall auszuführen.

Dabei werden Mischungen von oviziden und fungiziden Mitteln ausprobiert werden.

Beabsichtigt wird die Wintereier zu treffen bevor die Eierschale genügend Widerstand leistet, eine Anzahl Spinnmilben und Blattläuse abzutöten bevor alle Eier sich abgesetzt haben und die Entwicklung der Schorfschwammsporen auf dem Falllaub zu verhindern.

II-E-4.

STUDIUM DER AN MINERALÖLE UND
OLEMULSIONEN ZU STELLENDEN AN-
SPRÜCHE FÜR ANWENDUNG IN PFLANZEN-
SCHUTZMITTELN.

1. UNTERSUCHUNGSTHEMA:

Einfluss des Raffinagegrades auf die Phytozi-
dität von Sommerölen.

An diesem Gegenstand wurde nicht gearbeitet
(siehe vorigen Monatsbericht).

2. UNTERSUCHUNGSTHEMA:

Einfluss der physikalischen Eigenschaften
(Stabilität, Teilchengrösse, usw.) von Mineralöl-
emulsionen auf die Toxizität.

Die Serie bisher bereitete Weissölemulsionen
wurde mit einer Anzahl neuer Emulsionen erweitert.
Da die Unterschiede in Toxizität zwischen den bisher
untersuchten Emulsionen auf Mehlmotteneiern gering
und auf Spinnmilbeneiern nicht nachweisbar waren und
es ausserdem nicht möglich war, die Ursache der in
einigen Fällen vorhandenen Differenzen anzugeben,
sollte dies erst an Emulsionen, welche grössere Diffe-
renzen in physikalischen Eigenschaften aufweisen,
untersucht werden. Vorläufig wurden bei den neuen
Olemulsionen nur Unterschiede in Teilchengrösse
gemessen.

Emulsionen mit sehr kleiner Teilchengrösse
(ein grosser Teil der Teilchen ist kleiner als 1μ)
wurden erhalten durch Lösung des Emulgators Natrium-
sulfonat im Öl und unter Rühren Ausgiessen der
erhaltenen Lösung (des s.g. löslichen Oles) in Wasser.

Die gröberen Emulsionen wurden derart bereitet,
dass die endgültige Zusammensetzung soviel wie möglich
mit der der feinen Emulsionen übereinstimmte, zur
Erzielung einer möglichst genauen Vergleichung.

Über die Untersuchungen betreffend die Ölabsetzung
kann noch folgendes mitgeteilt werden.

Bei der Messung der Ölabsetzung der Emulsionen
(auf Bienenwachsflächen) wurde gefunden, dass die im
vorigen Monatsbericht erwähnten Schwierigkeiten wahr-
scheinlich wie folgt zu erklären sind.

Das sich unmittelbar bei der Bespritzung oder nach Eintrocknen der Emulsionen auf bespritzten Bienenwachsflächen absetzende Öl wird durch Wägen bestimmt. Die vorgeschriebene Trockenzeit von 24 Stunden an der Luft stellt sich in vielen Fällen, besonders bei einer hohen relativen Luftfeuchtigkeit, als ungenügend heraus, was vermutlich verursacht wird durch die Bildung eines Films von Bestandteilen aus dem Bienenwachs oder aus der Emulsion. Wir haben nun einen Trockenapparat konstruieren lassen, in dem die bespritzten, mit Bienenwachs bedeckten Zylinder in einem trocknen Luftstrom getrocknet werden können.

GEPLANTE UNTERSUCHUNG:

Zunächst wird der Einfluss grosser Differenzen in Teilchengrösse von Ölemulsionen auf Mehlmotteneier geprüft werden, und weiter welche andere Faktoren eventuell einen Einfluss auf die toxische Wirkung der Emulsionen ausüben.

Die Untersuchungen betreffend die Ölabsetzung werden fortgesetzt; dabei wird an erster Stelle versucht werden die bespritzten Flächen in nicht zu langer Zeit gut zu trocknen.

II-E-5.

BEREITUNG VON DINITROKRESOLHALTIGEN SUSPENSIONEN IN WASSER.

UNTERSUCHUNGSTHEMA:

Analysenmethode für Dinitro-o-kresol in Shell Nitroleum.

Da es mit dem für Pernis verfügbaren einfachen Dubosc Kolorimeter (ohne künstliche Beleuchtung) nicht gelang das DNK genügend genau zu bestimmen, wurde versucht den DNK-Gehalt durch Titration mit Titantrichlorid (siehe vorigen Monatsbericht) zu ermitteln.

Diese Bestimmung geschieht grundsätzlich dadurch, dass man das Dinitrokresol in einer Kohlensäureatmosphäre bei erhöhter Temperatur reduziert mit Übermass einer bekannten Menge Titantrichlorid und das Übermass Titantrichlorid mit Ferroammoniumalaun zurücktitriert. Mehrere Male wurden gute Ergebnisse erzielt, auch dann wenn die Bestimmung nicht in der durch Perkolation er-

004320

- 48 -

haltenen benzolischen Dinitrokresollösung, sondern in Shell Nitroleum selbst statt fand. Einige Male wurden jedoch auch bedeutend zu niedrige Ergebnisse erhalten, ohne dass dafür eine nachweisbare Ursache vorhanden war. Es wird nun eine Untersuchung nach der Ursache dieser Störung angestellt.

II-E-6.

BEARBEITUNG KOLLOIDCHEMISCHER
PROBLEME FÜR DIE BEREITUNG UND
VERWENDUNG VON INSEKTIZIDEN-
EMULSIONEN.

UNTERSUCHUNGSTHEMA:

Untersuchung über die benetzende und eindringende Wirkung von Spritzflüssigkeiten.

Wegen Zeitmangel wurde in der Berichtsperiode an diesem Thema nicht gearbeitet. Vorläufig wird sich, wegen chronischen Personalmangels in der Abteilung, auch wohl kaum Gelegenheit dafür bieten.

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 geographischen Dater wurden noch nicht erhalten, so dass der Abschluss der Untersuchung noch aufgeschoben werden musste.

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 (ZAGREB).

=====

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.

=====

VERARBEITUNG VON COEVORDEN
ROHÖL, GRUBE 2.

Es wurde beschlossen das Coevorden Rohöl (Grube 2) auf Dampfzylinderöl zu verarbeiten und dieses nach unseren Angaben in Pernis mit Propan-Butan zu raffinieren. Auf Entparaffinierung muss verzichtet werden, was in diesem Falle unbedenklich ist.

Die sonstigen von uns untersuchten möglichen Raffinierungsmethoden, nämlich:

1. Säuern in Verdünnung;
2. Säuern bei 125° C;
3. Perkolieren über Bauxit;
4. Behandeln mit Terrana in Verdünnung oder bei höheren Temperaturen

ergaben kein befriedigendes Resultat, was auch nicht Wunder zu nehmen ist in Anbetracht der grossen Menge Propan und Asphalt, die zur Erzielung eines guten C.C.T. zu entfernen ist.

Raffinage nach dem Mirasolverfahren wurde nicht versucht mit Rücksicht auf den überbelasteten Mirasol Arbeitsplan und das genügende Ergebnis der Propan-Butan-Behandlung; auf das Perkolieren über Granosil wurde verzichtet, da wir davon nur geringe Erwartungen hegen.

1. Verarbeitung des im Monatsbericht Nr. 4
(Seite 51) genannten Rückstandes.

<u>Destillat</u>	
(Ausbeute auf wasserfreies Rohöl	
	20 Gew.%)
1a/40 Spez.Gewicht 50/4° C	0.859
70/38 Viskosität in c.c. bei 50° C	9.2
" Engler bei 50° C	1.77
15/36 Flammpunkt P.M. mit geschlossenem Tiegel	116
" " mit offenem Tiegel	134
30/36 Fließpunkt A.S.T.M.	+ 26
26/39 Säurezahl	0.44
5b/40 Farbe Union	dunkler als 8

Zugehöriges Dampfzylinderöl (unbehandelt)

(Ausbeute auf wasserfreies Rohöl	
	60 Gew.%)
15/36 Flammpunkt P.M. mit offener Tiegel	317° C
12/40 Conradson Carbon Rückstand	9 3/4
70/38 Viskosität Engler 100° C	34

- a) Dieses Dampfzylinderöl wurde mit 9 Vol. Teilen eines Gemisches von 69 Vol. % Propan und 31 Vol. % Butan bei 55° C extrahiert; Arbeitsdruck 15 Atm. Dabei wurden erhalten: 50 Gew. % Asphalt mit einer Viskosität von 20 Poisen bei 105° C und 50 Gew. % Öl mit C.C.T. = $2\frac{1}{2}$, Viskosität E 100 = 6.13.
- b) Danach wurde mit 9 Vol. % eines Gemisches von 52 Vol. % Propan und 48 Vol. % Butan gleichfalls bei 55° C extrahiert; Arbeitsdruck etwa $12\frac{1}{2}$ Atm. Dabei wurden erhalten: 40 Gew. % Asphalt und 60 Gew. % Öl mit einem C.C.T. = 3.6 und Viskosität E 100 = 8.05 (60 Gew. % Öl auf Rückstand = 36 Gew. % auf Rohöl).

2. Verarbeitung eines Dampfzylinderstocks aus Pernis.

Da Pernis die Herstellung von Dampfzylinderöl in Angriff nehmen wird, wurde auch noch ein in Pernis bereitetes Dampfzylinderstock raffiniert. Die kurze Analyse des nicht raffinierten Öles lautete:

004324

- 52 -

1a/40	Spez. Gewicht 50/4° C	0.927
15/36	Flammpunkt P.M. mit geschlossenem Tiegel	266°C
"	" mit offenem Tiegel	306°C
70/38	Viskosität 50° C in c.S.	4714
"	" 100° C	254
"	Engler 50° C aus c.s.	622
"	" 100° C	33.5
30/36	Fliesepunkt	+ 32° C
31/38	Aschegehalt in Gew. %	0.63
12/40	Conradson Carbon Probe in Gew. %	9.2
17/38	Asphaltene in Gew. %	Spuren
26/39	Säurezahl	0.1

Bei den nachfolgenden Extraktionen wurde mit 9 Vol. Teilen der Extraktionsflüssigkeit und 1 Vol. Teil Öl gearbeitet. Die Temperatur betrug 55° C; es wurde aus Pernis erhaltenes Propan und Butan verwendet (Butan = T.M.C. 3171, Propan = T.M.C. 3174).

- a) Extraktion mit einem Gemisch von 40 Vol. % Propan und 60 Vol. % Butan. Dabei wurden 55 Gew. % Asphalt und 45 Gew. % Öl mit einem Conradson Carbon Rückstand von 1.8 und einer Viskosität E 100 = 4.92 erhalten.

Die Extraktion ist augenscheinlich zu weit durchgeführt, aus welchem Grunde die nachstehende Methode ausprobiert wurde:

- b) Extraktion mit Butan allein. Dabei wurden erhalten: 25 Gew. % Asphalt und 75 Gew. % Öl mit C.C.R. = 4.7 und Viskosität E 100 = 11.8.

Daraus geht hervor, dass das Pernis Dampfzylinderstock weniger Propan braucht als das von uns hergestellte, obwohl die normalen Analysen wenig verschieden sind.

Um eine Sicherheitsmarge zu haben, schlugen wir vor, in Pernis mit einem Gemisch von 10 % Propan und 90 % Butan zu arbeiten.

HERSTELLUNG VON EMULSIONSFETT.

Die Zentrale im Haag bat uns zu prüfen, ob wir auch Emulsionsfette herstellen könnten und behändigte uns dazu eine bei der Rhenania in Hamburg übliche Rezeptur:

42.4 % Maschinenöldestillat 15 E/50° C
7.0 % rohes Montanwachs
0.6 % Natronlauge
50.0 % Wasser.

Im Laboratorium wurde nach diesem Rezept und mit kleinen Variationen in der Bereitungsweise eine Anzahl Muster hergestellt und geprüft, wobei das beste Resultat folgendermassen erzielt wurde:

Sowohl das Mischen der Komponenten wie die Abkühlung unter Rühren fand im sogenannten Flintkote Emulgierapparat, einem einfachen Rührwerk mit Schaufeln und Stauwänden, statt.

Die Temperatur der Ölphase betrug 80° C, der Zusatz der Laugelösung und weiter des Leitungswassers erfolgte bei 75° C; danach wurde unter Rühren auf 35° C abgekühlt.

Als Mineralöl wurde BF 3 benutzt, ein venezolanisches Raffinat von E 50 = 14; das Montanwachs hatte eine Säurezahl von 31 und eine Verseifungszahl von 76.

Inzwischen gelangten wir in den Besitz eines Musters des Öles, das wahrscheinlich für die Herstellung von Emulsionsfett zur Verfügung gestellt wird, ein Destillat mit einer Viskosität E 50 = 9.6. Auch damit wurde in der obenbeschriebenen Weise ein Produkt von angemessener Qualität erhalten, obwohl wir den Eindruck gewannen, dass es eine etwas weniger gute Qualität hatte als das mit Öl E 50 = 15 hergestellte Produkt.

Da schliesslich die Praxis hier das letzte Wort hat und es für praktische Versuche besser ist von in technischer Apparatur hergestellten Partien als von Laboratoriumspräparaten auszugehen, werden wir jetzt versuchen, ob es möglich ist derartige Emulsionsfette in der kleinen Ausrührpfanne der Fettanlage herzustellen und diese darauf einer praktischen Prüfung unterwerfen im Vergleich zum Originalemulsionsfett 6691, das sich in Deutschland bereits bewährt und einen lebhaften Markt gefunden hat.

004326

- 54 -

Das für die Herstellung der Versuchspartien benötigte Mineralöl wurde bereits angefragt; etwas Montanwachs haben wir noch vorhanden.

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 ÖLFORDERUNG.</u>	
1. Voraussagen über die Fündigkeit von Erdöl aus der Kenntnis der Ölmuttergesteine und der Migrationswege des Erdöls.	4
2. Untersuchungen von Bohrkernen aus den Bohrungen im Osten der Niederlande.	4
3. Sediment-petrographische Forschung Korngrösse-Untersuchung.	4
4. Bestimmung der Ausbeute an gewinnbaren Ölen aus ölführenden Schichten.	5
5. Verbesserung der Ölausbeute ölführender Schichten durch Verdrängung restlichen Öles durch Wasser.	8
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.	9
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 Antimonchlorid. | 12 |
| 2. Qualitäts- und Ausbeutesteigerung von hochwertigen Schmierölen durch Perkolation über selektiven Adsorptionsmitteln. | 14 |
| 3. Verbesserung von Extraktionsverfahren. | 14 |
| 4. Konstitutionsermittlung von Mineralölen durch Spektralanalyse. | 14 |
| 5. Messung von Gas-Flüssigkeitsgleichgewichten. | 14 |
| 6. Studium zur Herstellung hochwertiger Schmierfetten unter Berücksichtigung des Einflusses der Komponenten und der Arbeitsbedingungen. | 15 |
| 7. Entwickeln von Analysemethoden für Kohlenwasserstoffgemische aus dem Schmierölgebiete: Gruppenanalyse und Strukturanalyse zur Aufklärung der chemischen Konstitution von Schmierölen. | 16 |
| 8. Vorhersagung über Spalteignung von Mineralölen auf Grund gewisser physikalischen Konstanten. | 17 |
| 9. Verbesserung von physikalischen Trennungsmethoden für Kohlenwasserstoffe aus dem Benziningebiet. | 18 |
| 10. Erhöhung des Klopfwertes von Kraftstoffen durch Isomerisation und Dehydrierung. | 18 |
| 11. Berechnung der Grundlagen für die Übertragungen chemischer Reaktionen, insbesondere katalytischer Reaktionen, vom Laboratorium in die Praxis. | 20 |
| 12. Physikalisch-chemische Untersuchungen über Katalyse und Katalysatoren. | 23 |
| 13. Aufbaureaktionen durch photochemische endständige Anlagerung von Halogenwasserstoff an Olefinen. | 25 |

14.	Grundlegende Untersuchungen auf dem Gebiet induzierter Kettenreaktionen zur Bereitung hochwertiger Benzine, Schmieröle oder chemisch-industrieller Erzeugnisse.	25
15.	Untersuchung nach der korrosiven Wirkung von Erdöl-Naphthensäuren auf Metalle.	27
16.	Gasanalyse durch Verdampfung im Hochvakuum.	28
17.	Bestimmung von Strassenbaubitumina aus paraffinhaltigen Bitumina.	29
18.	Herstellung von Gasölen aus schwefelreichen paraffinischen Rohölen durch Druckhydrierung.	30
19.	Anlagerung von Methan an Erdölrückstände zur Herstellung dünnflüssiger Produkte mit höheren Wasserstoffgehalt.	30
C. UNTERSUCHUNGEN AUF DEM GEBIETE DER ANWENDUNGEN VON ÖLERZEUGNISSEN.		
1.	Identifizierung von Verschmutzungsprodukten in Verbrennungsmotoren.	31
2.	Oxydationsbeständigkeit von Schmierölen im Zusammenhang mit der Konstitution der Ausgangsstoffe.	32
3.	Festsetzung der an konsistente Fette zu stellenden Anforderungen und Entwicklung geeigneter Prüfmethode.	34
4.	Entwicklung und Verbesserung von Laboratoriumsmethoden zur Feststellung von Abnutzung und Alterung von Schmierölen im Motorenbetrieb.	34
5.	Untersuchung mechanischer Eigenschaften von Strassenbaumischungen.	36
6.	Rheologie von Bitumen und Untersuchung nach der Wasserdurchlässigkeit.	37
7.	Asphaltbitumenanwendungen in der Industrie und im Baugewerbe.	37
8.	Verbesserung der rheologischen Eigenschaften von Bitumen durch Zusatz hochmolekularer Stoffe.	37
9.	Entwicklung idealer Brenner zum Heizen, Schneiden und Schweissen mit Propagas und Butagas.	39

- D. BEREITUNG VON CHEMISCH-INDUSTRIELLEN ERZEUGNISSEN AUF PETROLEUMGRUNDLAGE.
1. Neue chemische Verbindungen durch Oxydation von Olefinen aus der Gasölstrecke. 40
 2. Anwendung von Wasserstoffperoxyd aus Erdöloxydationsprodukten in der organisch-chemischen Technik zur Synthese von Glykolen. 40
 3. Kondensation halogenartiger Verbindungen durch Entziehung des Halogens. 41
 4. Isolierung von nicht-Kohlenwasserstoffen aus Erdölfraktionen und deren Verwendung in der chemischen Industrie. 41
 5. Untersuchungen nach der Qualitätsverbesserung von Estersalzen aus Erdölolefinen und deren Verwendung als fettfreies Seifenaustauschprodukt. 42
- E. ANWENDUNG VON ÖLPRODUKTEN ZUR BEREITUNG VON PFLANZENSCHUTZMITTELN.
1. Weitere Entwicklung von Insektiziden für Sommerspritzung. 43
 2. Feststellung der insektiziden, phytoziden und fungiziden Wirkung von Pflanzenschutzmitteln. 44
 3. Praktische Prüfung und Kontrolle von Pflanzenschutzmitteln. 45
 4. Studium der an Mineralöle und Ölemulsionen zu stellenden Ansprüche für Anwendung in Pflanzenschutzmitteln. 46
 5. Bereitung von Dinitrokresolhaltigen Suspensionen in Wasser. 47
 6. Bearbeitung kolloidchemischer Probleme für die Bereitung und Verwendung von Insektizidenemulsionen. 48

III. <u>FORSCHUNGSARBEITEN FÜR DIE RHENANIA-</u> <u>OSSAG MINERALÖLWERKE A.G., HAMBURG.</u>	49
IV. <u>UNTERSUCHUNGEN FÜR DIE ROHÖLGEWINNUNG</u> <u>A.G., WIEN.</u>	
Untersuchungen von Gesteinproben (Kernproben) aus Tiefbohrungen der R.A.G.	49
V. <u>UNTERSUCHUNGEN VON SPEZIALÖLEN UND</u> <u>AUSFÜHRUNG VON KONTROLLANALYSEN</u> <u>FÜR DIE KROATISCHE SHELL (ZAGREB).</u>	49
VI. <u>FORSCHUNGSARBEITEN FÜR DRITTEN.</u>	50
VII. <u>BERATUNGEN FÜR DIE AMSTERDAMER ANLAGEN,</u> <u>HAUPTSTELLE UND B.I.M.</u>	
Verarbeitung von Coevorden Rohöl, Grube 2	50
Herstellung von Emulsionsfett.	53