

004462

I
ERZEUGUNG FÜR DEN
NIEDERLÄNDISCHEN MARKT.

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

I-1. HERSTELLUNG VON SCHMIERFETTEN.

Im vergangenen Monat wurden zum Behuf des niederländischen Marktes hergestellt:

etwa 33 t Kalkseifenfett F 1
" 3 t Hochdruckschmierfett RB
" 6 t einer Art Dauerschmierextrakt
" 4 t Kugellagerfett R 140.

Die Installation war regelmässig im Betrieb und wissenswerte Ergebnisse traten nicht ein.

I-2. HERSTELLUNG VON SCHMIERÖLEN; REGENERATION
VON TRANSFORMATOR-, TURBINEN- UND KOMPRES-
SORÖLEN.

1. Marineöl.

Keine Produktion.

2. Bohröl.

Hergestellt: 12960 kg M5
302 " M2-AZ2
4029 " M3
4591 " Emulgator Halbprodukt.

Ständige Produktion.

3. Schneidöl.

Hergestellt: 60 kg MB 21
991 " Nofatöl

Für Nofatöl: Noch in Behandlung 900 kg, danach noch herzustellen etwa 300 kg, doch warten auf Grundstoff.

4. Biegeöl.

Hergestellt und abgeliefert 2 Tonnen.

5. Formöl.

Keine Produktion.

6. Hypoidöl.
Keine Produktion.
7. E.P.Spirax.
Keine Produktion.
8. Rohrgewindeschmiere.
Hergestellt und abgeliefert 150 kg.
9. Dampfzylinderölemulsion.
Keine Produktion.
10. Verschiedene durch Mischen bereitete Öle.
Hergestellt: 11016 kg Grundstoff für die Fettaanlage
8608 " Cardanöl
355 " Shell Öl 1499
360 " J 80
Noch zu bereiten oder in Bestellung:
1640 kg J 80
26981 " Transformatoröl W 8
Die Reinigung fordert viel Sorgfalt, wodurch die Ablieferung aufgehalten wird.
11. Regenerierung von Kompressoröl.
Verarbeitet etwa 10000 kg gebrauchtes Kompressoröl;
daraus bereitet und abgeliefert:
5300 kg leichte Kohlenwasserstoffe
2400 " Kompressoröl, in der üblichen
Weise mit Schwefelsäure und
Erde raffiniert.
Zur Regenerierung liegen noch etwa 8 Tonnen gelagert.
Diese Verzögerung ist auf eine notwendige Änderung der
Fraktioniersäule zurückzuführen.
12. Regenerierung von Turbinen- und Transformatoröl.
2075 kg regeneriertes Transformatoröl
abgeliefert.
etwa 3700 " regeneriertes Turbinenöl in
Bearbeitung oder versandbereit.
13. Regenerierung verschiedener gebrauchter Schmieröle.
Etwa 6 Aufträge: Insgesamt etwa 12000 kg in Bearbeitung, wovon etwa 2200 kg abgeliefert.

I-3. HERSTELLUNG VON SCHÄDLINGSBEKÄMPFUNGSMITTELN.

Die Produktion am Nikotina austauschstoff Shell Nitram betrug im April 2500 Liter.

Die Produktion von Sommeremulsion Shell ZE 60 konnte nicht fortgesetzt werden, weil das zugewiesene Weissöl noch nicht erhältlich war.

Die sonstigen von der Shell produzierten Schädlingsbekämpfungsmittel werden im Sommer nicht hergestellt.

Für die Produktion des Netzmittels Shell Humidox verweisen wir auf I-8.

I-4.

HERSTELLUNG VON BITUMENEMULSIONEN UND GLASERKITTERSATZ.

In der zweiten Hälfte des April musste eine eingreifende Reparatur der Knetmühle, in der die Bitumenemulsionen C13S und C13HPC homogenisiert werden, vorgenommen werden. An verschiedenen Stellen war diese Knetmühle leck, so dass Emulsion in den Kühlmantel gelangt war.

Da eine ziemlich grosse Menge Emulsion im voraus hergestellt worden war um vorläufig den Anfragen genügen zu können, wurde beschlossen die Reparatur Mitte April vorzunehmen.

Die Produktion für April war demzufolge kleiner als gewöhnlich, nämlich:

| | | |
|--------|-----------------------------------|------------------------------|
| C13S | { Emulsion für Glaserkittersatz } | 27 Tonnen |
| C13HPC | | { " " Schutzanstriche } 10 " |

I-5.

HERSTELLUNG VON LÖSUNGSMITTELN FÜR LACKE UND FIRNISSE.

1. Herstellung von Tetrahydronaphtalin.

In der Berichtsperiode wurden aus 32,0 Tonnen Naphtalin 32,7 Tonnen Tetrahydronaphtalin hergestellt.

Der Tetrahydronaphtalingehalt des als Lösungsmittel abgelieferten Reaktionsproduktes schwankte von 90 - 92%. Daneben enthielt es dann 6 - 8% Dekahydronaphtalin und 0,5 - 4% unumgesetzten Grundstoff.

004466

2. Herstellung von Methylcyclohexanol.

Mit einer mittleren Ausbeute von 96 - 97% der Theorie wurden aus 6,0 Tonnen Kresol 5,8 Tonnen Methylcyclohexanol erhalten.

I-6.

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

Produktion wegen Beendigung der Aufträge vorläufig eingestellt. Personal für andere externe Aufträge eingesetzt.

I-7.

HERSTELLUNG VON REINGLYKOL FÜR
PHILIPS, EINDHOVEN.

Mit den in unserem vorigen Monatsbericht erwähnten Destillationen waren alle laufenden Aufträge von Philips erledigt.

Die Destillationsapparatur wird jetzt für andere Untersuchungen benutzt, u.a. für die Reinigung des Grundstoffes für die Produktion von Humidox.

I-8.

HERSTELLUNG VON SEIFENAUSTAUSCHSTOFFEN.

In der Berichtsperiode haben wir nach der Verfügbarkeit der Destillationsapparatur neben der Polymeroxydation auch die Destillation von Rohpolymeren in Angriff genommen.

Aus 3,5 Tonnen Rohpolymeren wurden 2,9 Tonnen Destillat erhalten, das als Grundstoff für die Oxydation zu Humidox dienen konnte.

Insgesamt wurden in der Berichtsperiode 4,7 Tonnen destillierter Polymere oxydiert. Dabei erhielten wir 5,1 Tonnen Humidox, das 35% aktiven Stoff enthält. Aus 4,7 Tonnen Grundstoff wurden also 1,78 Tonnen aktiven Stoffes erhalten. Die Ausbeute an aktivem Stoff betrug also $\frac{1,78}{4,7} \times 100\% = 38 \text{ Gew.}\%$, berechnet auf den Einsatz destillierter Polymere.

004467

- 5 -

I-9.

HERSTELLUNG EINES ERSATZES FÜR
SYRISCHEN ASPHALT.

An diesem Gegenstand wurde aus den im Monatsbericht
Nr.1 angegebenen Gründen in der vergangenen Periode nicht ge-
arbeitet.

004468

II.

ALLGEMEINE FORSCHUNGSARBEITEN
AUF DEM
ERDÖL - UND MINERALÖLGEBIETE.

II-A. U N T E R S U C H U N G E N
 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 KENNNTIS DER ÖLMUTTER-
 GESTEINE UND DIE MIGRATIONSWEGE DES
 ERDÖLS.

UNTERSUCHUNGSTHEMA:

Das Ausfindigmachen einer Methode zur Feststellung, mittels Ölanalysen, ob verschiedene Rohöle aus einem Ölgebiet gemeinschaftlich aus einer Ölmutterformation herrühren oder aus mehreren Mutterformationen stammen, und wo möglich die Ermittlung der Lage dieser Ölmutterformation(en).

Für eine erste Untersuchung eignet sich das Ölgebiet Südsumatras ganz besonders. Die Anzahl Ölfelder ist dort bedeutend, über vierzig, indem auch die Anzahl Ölhorizonte per Feld gross ist. Sechs bis zwölf Ölniveaus ist eine sehr normale Erscheinung; die Tiefen schwanken von 30 m bis etwa 2000 m. Weiter ist in Südsumatra das Grundgebirge bekannt und an verschiedenen Stellen angebohrt. Die Ölmutterformation(en) liegt (liegen) jedenfalls untiefer. Hierdurch beschränkt sich die Anzahl geologischer Formationen, aus denen die Ölmutterformation auf jeden Fall zu wählen ist, sehr. All diese günstigen Umstände haben damals die Geologische Abteilung dazu veranlasst für die erste fundamentelle Untersuchung der Ölmuttergestein- und Migrationsfrage Südsumatra zu wählen.

Die im Amsterdamer Laboratorium ermittelten analytischen Daten werden jedes Mal, wenn eine geeignete Menge Versuchsmaterial erledigt ist, an die Geologische Abteilung in Haag eingesandt zur Korrelation mit der geographischen und stratigraphischen Lage der Ölfundstätten, Tektonik, Tiefe, usw. Daraus folgen dann wieder Hinweise für weitere Untersuchungen. Untenstehend berichten wir über einige der bereits erzielten Resultate.

ZUSAMMENFASSUNG DER UNTERSUCHUNG:

Es wurde und wird geprüft, ob die südsumatranischen Erdöle Eigenschaften besitzen, die für alle in diesem Gebiete gefundenen Öle oder für einen wesentlichen Teil, gleich sind und die in anderen Ölgebieten anders sind.

Die Anwesenheit derartiger Kennzeichen würde auf eine gemeinschaftliche Herkunft der betreffenden Rohöle hinweisen.

Bei dieser Untersuchung ergab sich bisher, dass der Alkangehalt bestimmter Benzinfraktionen für die meisten Öle Südsumatras gleich war. Die Öle, bei denen diese Regel nicht zutrifft, haben besondere Fundstättenbedingungen und deuten auf sekundäre Änderungen.

Das Konstantsein des Alkangehalts von Benzinfraktionen tritt in Südsumatra sowohl auf bei Rohölen, die in verschiedenen Schichten eines Ölfeldes unter einander liegen, wie bei Ölen aus verschiedenen weit von einander entfernten Feldern. Das Schrifttum hat uns davon überzeugt, dass in anderen Ölgebieten, wo es also eine andere Ölmutterformation gibt, die Benzine einen anderen Alkangehalt haben. Dies spricht für eine gemeinschaftliche Herkunft der verschiedenen südsumatranischen Öle aus einer Ölmutterformation. Diese muss stratigraphisch tiefer liegen als die ölführenden Schichten oder daneben. Die Öle der verschiedenen Felder haben sich jedoch in Schichtkomplexen verschiedener stratigraphischer Tiefe gesammelt. Daraus lässt sich eine minimale stratigraphische Tiefe der Ölmutterformation schliessen. Eine Maximumtiefe folgt aus der Lage des Grundgebirges. Betrachten wir dies geologisch in seinem räumlichen Zusammenhang, so kann daraus gefolgert werden, dass die Telissa-Formation die Ölmutterformation Südsumatras sein muss.

Ist die Ölmutterformation einmal bekannt, so ist auch ihre geographische Verbreitung bekannt, was für eine geologische Schürfung ein sehr wichtiger Punkt bedeutet. Die geochemische Untersuchung von Erdölen hat also bereits nach verhältnismässig kurzer Zeit zu einer für die Erdölgeologie wichtigen Folgerung geführt.

Ein weiterer merkwürdiger Fund bei der Öluntersuchung war, dass bei einer Anzahl Benzine wohl der Alkangehalt und also auch die Summe von Aromat- und Naphtengehalt konstant war, doch das Aromat: Naphtenverhältnis ziemlich stark schwankte. Dies deutet auf eine Hydrierung von Aromaten oder auf eine Dehydrierung von Naphtenen unter geologischen Bedingungen. Da bei den verhältnismässig niedrigen Temperaturen, die geologisch möglich sind ($< 150^{\circ} \text{C}$), das thermodynamische Gleichgewicht von Benzin-Aromaten und -Naphtenen ganz auf der

- 8 -

Seite der Naphthenen liegt, halten wir das Hydrier-
verfahren für wahrscheinlicher.

GEPLANTE WEITERE UNTERSUCHUNG:

Aus dem Schrifttum war ersichtlich, dass Benzinfractionen von Rohölen ganz verschiedener Herkunft und also aus verschiedenen Ölmutterformationen zufälligerweise doch einen ähnlichen Alkangehalt haben können. Um falschen Schlussfolgerungen auf Grund solcher Zufälligkeiten vorzubeugen, ist es für die geologische Interpretation wünschenswert über nähere Kennzeichen von Benzinfractionen zu verfügen. Ein mögliches Kennzeichen ist das Verhältnis verzweigte/unverzweigte Verbindungen der Alkane. Vorläufige Ergebnisse bestätigen die Vermutung, dass dieses Verhältnis, neben dem Gesamtalkangehalt, charakteristisch ist für Benzine aus einem bestimmten Gebiet.

Es ist notwendig, die Frage näher zu studieren durch Analyse mehrerer Benzine. Dies wird im nächsten Monat stattfinden.

Weiter wird an der Untersuchung einiger vom normalen Typus abweichenden Öle aus Südsumatra gearbeitet werden. Diese Untersuchung bezweckt, zu prüfen ob die abnormen Eigenschaften mit besonderen geologischen Umständen verbunden werden können.

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.

ZUSAMMENFASSUNG DER UNTERSUCHUNG:

Bisher sind 4 Mineralienzonen gefunden worden, die für Vergleichszwecke in Betracht kommen. Zwei dieser Zonen, die in den jüngeren Schichten vorkommen, sind bereits in verschiedenen Bohrungen vorgefunden.

Die Brauchbarkeit dieser Zonen ist dadurch nachgewiesen. Im vergangenen Monat wurde über die Ergebnisse der Bohrungen Dauringen 1 und S.W.Losser 3 separat berichtet.

Die Untersuchung der Bohrung Dauringen 1 hat nachgewiesen, dass das Valanginin eine granatarme und anatasreiche Mineralassoziation enthält. Dies entspricht den Ergebnissen früherer Untersuchungen.

Vom Untermuscholkalk wurden nur zwei Präparate untersucht. Diese Formation enthält ebenso wie das darunter befindliche Röt hohe Prozentsätze Granat. Das Röt enthält zugleich einen hohen Anatasgehalt.

Von der Bohrung S.W.Losser 3 wurden 76 Muster mikroskopisch untersucht. Die Muster stammen aus den folgenden Formationen: Oberem Eozän, Bentheimer Sandstein, Valanginin, Wealden, Portland und Kimmeridge.

Das Wealden ist durch eine granatreiche Mineralassoziation gekennzeichnet. Außerdem enthält es einige kleine Schichten aus Epidot und Hornblende. Auf Grund dieser Eigenschaften kann das Wealden von den übrigen Kreide- und von Jura-Formationen unterscheiden werden.

Es steht noch nicht fest, ob im Oberen Kimmeridge und in Zonen des Portlandsdünnes Zonen mit anatasreichen Assoziationen vorkommen.

GEPLANTE UNTERSUCHUNG:

Fortsetzung der Untersuchung mit Mustern aus der Bohrung Oldenzaal 4, wo ebenso wie bei S.W.Losser 3 Wealden vorkommen soll. Die horizontale Ausbreitung der darin befindlichen granatreichen Assoziation kann dann geprüft werden.

II-A-3.

SEDIMENT-PETROGRAPHISCHE FORSCHUNG.

Wegen Personalmangel schreitet diese Untersuchung so langsam fort, dass darüber heute nichts berichtet werden kann.

II-A-4.

BESTIMMUNG DER AUSBEUTE AN GEWINNBAREN
OLEN AUS ÖLFÜHRENDEN SCHICHTEN.

1) Eigenschaften von ölführenden Schichten.

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

UNTERSUCHUNGSTHEMA:

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

Dazu waren, nachdem die Bereitung synthetischer Kernmuster auf Basis von durch Bindemittel verfestigtem Sand misslungen war, eine Anzahl Sandsteinmuster bestellt mit genügenden Differenzen in der Struktur um bei Füllung der Poren mit derselben wässrigen Flüssigkeit einen gut messbaren Unterschied in elektrischem Widerstand zu ergeben. Damit sollte jetzt der S.P.-Effekt gemessen werden.

ZUSAMMENFASSUNG DER UNTERSUCHUNG:

Die bestellten Gesteine wurden nach Eintreffen in den betreffenden Apparat eingebracht, der dazu erst entsprechend abgeändert werden musste.

Inzwischen wurde zur vorläufigen Orientierung der S.P.-Effekt an zwei kleinen Mustern dieser Formationen (etwa 2 cm Durchmesser und etwa 2 cm Höhe) in einem separaten, früher von uns bereits benutzten Apparat gemessen. Dabei traten keine abweichenden Erscheinungen auf.

Der in dieser kleinen Aufstellung gemessene S.P.-Effekt war für beide Muster praktisch gleich, was auf Grund unserer früheren Versuche in dieser Aufstellung auch erwartet wurde; abzuwarten ist, ob sich nun bei der Messung in der grossen Apparatur wohl Unterschiede ergeben werden.

GEPLANTE UNTERSUCHUNG:

Wir hoffen im nächsten Monat Messungen des S.P.-Effektes mit den grossen Formationen vorzunehmen. Dabei wird u.a. auch die Reihenfolge der Steine im Apparat abgewandelt werden, um festzustellen, ob die bei einer Messung eventuell auftretenden Unterschiede tatsächlich an der Schicht gebunden sind und nicht

durch zufällige Versuchsbedingungen verursacht werden.

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

UNTERSUCHUNGSTHEMA:

Prüfung ob der elektrische Widerstand der Schichten in verschiedenen Richtungen auch verschieden ist.

Dazu waren aus einem grossen Muster, herrührend aus der Kohlengrube Oranje Nassau, zwei zylindrischen Stücke geschnitten; bei einem Stück lief die Achsenrichtung des Zylinders der Schichtrichtung parallel, beim zweiten Stück stand die Achsenrichtung senkrecht auf die Schichtrichtung. Davon sollte der Widerstand gemessen werden.

ZUSAMMENFASSUNG DER UNTERSUCHUNG:

Der spezifische elektrische Widerstand des Versuchszyinders mit der Schichtrichtung senkrecht auf der Achse des Zylinders stellte sich beim angewandten Druck von etwa 1000 kg/cm^2 als etwa das Vierfache von dem des "parallelen" Zylinders heraus. Zwar lag auch ein Unterschied in Porosität vor, nämlich 5.03 gegen 5.96 %, aber darauf kann der viel grössere Unterschied in Widerstand bei weitem nicht zurückzuführen sein.

Aus den Versuchen des vorigen und des heutigen Monats kann man also schliessen, dass der gemessene elektrische Widerstand von Erdschichten ganz bestimmt von der Schichtung des Musters abhängen wird. Bei Messung in der Richtung der Schicht werden die niedrigsten Widerstände gefunden.

Nebenbei bemerkt fällt es auf, dass die Porosität dieser geologisch alten Schiefersteine (Karbon) kleiner ist als durch Zusammenpressen von Ton unter Drucken von 1000 Atm. erzielt werden kann. Offenbar sind im Laufe der Zeit Transformationen im Muster aufgetreten, die diese kleinere Porosität herbeigeführt haben.

Eine Röntgenuntersuchung des bereits früher erwähnten Musters aus der Staatgrube Mauritz wies die Anwesenheit der Mineralien Quarz, Kaolin und Illit nach. Montmorillonit und auch schwerere Mineralien wie Chloritoid, Albit, Antigonit, Epidot oder Zeirit konnten nicht nachgewiesen werden. Offenbar befindet sich die Umsetzung in diesem Schieferstein noch nicht in einem Stadium, in dem diese Mineralien gebildet sind.

GEPLANTE UNTERSUCHUNG:

Wir werden die Untersuchung jetzt wieder auf allgemeinerer Basis fortsetzen: Bestimmung des Widerstandes und der Porosität als Funktion des Druckes, dieses Mal aber an Mustern aus dem Osten der Niederlande, die eine jüngere geologische Zeit vertreten.

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.

Dazu mussten die Messungen der relativen Permeabilitäten für Öl und Gas in einem porösen Gestein, deren Ergebnisse bei einem Druckgradienten von 13.6 cm Hg über 50 cm Kernlänge im vorigen Monat mitgeteilt wurden, fortgesetzt werden.

ZUSAMMENFASSUNG DER UNTERSUCHUNG:

Es wurde nun bei einem Druckgradienten von 5.2 cm Hg über den 50 cm langen Kern gemessen. Die Messergebnisse sind aus der folgenden Zahlentafel ersichtlich:

ZAHLENTAFEL.

| Druckgradient in cm Hg | Olgeschwindigkeit cc/Sek. | Gas-Öl- Verhältnis Atm. Druck | Sättigung in % | Relative Permeabilität in % | |
|---------------------------|------------------------------|-------------------------------------|-------------------|-----------------------------|-------------------|
| | | | | Öl | Gas ¹⁾ |
| 5.2 | 0.000762 | 1.42 | 78 | 38.5 | 0.032 |
| 13.6 | 0.00292 | 1.25 | 82 | 56.6 | 0.042 |

¹⁾ Die relative Permeabilität bedeutet die Permeabilität für Öl bzw. Gas unter den genannten Versuchsbedingungen im Vergleich zu der Permeabilität des Gesteins wenn nur Öl bzw. Gas anwesend ist.

GEPLANTE UNTERSUCHUNG:

Die Versuche werden bei einem anderen Druckgradienten fortgesetzt werden.

004476

-13

II-A-5.

VERBESSERUNG DER ÖL AUSBEUTE ÖLFÜHRENDER
SCHICHTEN DURCH VERDRÄNGUNG RESTLICHEN
ÖLES DURCH WASSER.

UNTERSUCHUNGSTHEMA:

Bestimmung des Einflusses der Geschwindigkeit der Ölverdrängung auf die Ölausbeute.

Dazu war zunächst, zur Kontrolle der angewandten Messmethodik, das Ergebnis des vorigen Monats, wobei die Ausbeute bei einer Wassergeschwindigkeit von 17.4 m gemessen wurde, zu duplizieren. Danach könnte eventuell bei einer anderen Geschwindigkeit gemessen werden.

ZUSAMMENFASSUNG DER UNTERSUCHUNG:

Der Versuch wurde nahezu dupliziert, diesmal mit einer Wassergeschwindigkeit von 17.7 m pro Jahr. Die Ausbeute im Augenblick wo das erste Wasser austritt, betrug jetzt 51.0 % gegen voriges Mal 52.5 %; nachträgliche Ausbeute 3.7 % gegen 0.7 % - Gesamtausbeute 54.7 % gegen 53.2 %. Die Methode erscheint also durchaus geeignet.

Danach wurde ein Versuch angestellt bei einer Wassergeschwindigkeit von 3.85 m pro Jahr, der eine erste und zugleich gesamte Ausbeute von 51.0 % ergab (keine nachträgliche Ausbeute).

Man gewinnt zunächst den Eindruck, dass die Verdrängungsgeschwindigkeit keinen nennenswerten Einfluss auf die Ausbeute hat, was der entwickelten Theorie entspricht.

GEPLANTE UNTERSUCHUNG:

Bevor wir endgültige Folgerungen ziehen, wollen wir den Versuch noch einmal bei einer extremen Verdrängungsgeschwindigkeit von etwa 400 m pro Jahr wiederholen.

II-A-6.

DAS AUFFINDEN EINES ERSATZMITTELS
FÜR ZEMENT ZUM ABDICHTEN DES BODEMS
VON BOHRLOCHEM.

Mit der Literaturforschung betr. diesen Gegenstand haben wir inzwischen angefangen. Erst nach Beendigung dieser Forschung kann ein Arbeitsplan für experimentelle Untersuchungen aufgestellt werden.

II-A-7.

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

UNTERSUCHUNGSTHEMA:

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

Es hatte sich herausgestellt, dass Zusatz von Quebracho zu einer Barytspülung mit Pontischem Ton die verlangte erhebliche Abnahme des tonaufnehmenden Vermögens bewerkstelligen konnte. Es war nur noch festzustellen, ob das gasaufnehmende Vermögen, die sogenannte "fluffiness", durch diesen Zusatz nicht im ungünstigen Sinne abgewandelt wird, was dem praktischen Gebrauch im Wege stehen würde.

Dazu musste diese "fluffiness" zunächst in einem quantitativen Mass ausgedrückt werden.

ZUSAMMENFASSUNG DER UNTERSUCHUNG:

Zunächst wurde versucht die "fluffiness" zu beurteilen indem Methan durch ein Glasfilter in die Spülung eingeführt wurde. Dabei entstand zwar ein ziemlich stabiler Schaum an der Oberfläche der Spülung, aber die Spülung an sich hielt wenig Gas fest.

Danach wurde die folgende Methodik entwickelt: in einem Rührapparat wird eine Spülung sehr schnell (1400 Umdr./Min.) während 10 Minuten gerührt, wobei Luft eingerührt wird. Gleich darauf wird das spezifische Gewicht bestimmt. Bei stark lufthaltigen Spülungen wird dieses mehr zurückgegangen sein als bei wenig lufthaltigen. Es stellte

sich heraus, dass diese Methode eine deutliche Differentiierung ermöglicht.

Tatsächlich ergab sich, dass der Quebrachozusatz die "fluffiness" sehr hinderlich verstärkte; während eine Baryt-Ton-Spülung ohne Quebracho keine merkbare Erniedrigung des spez. Gew. aufwies, fiel das spez. Gew. bei einer Baryt-Spülung mit 30 % Pontischem Ton und 20 % Quebracho von 1.77 auf 1.57, bei einer anderen Spülung mit 30 % Ton und 10 % Quebracho sogar von 1.84 auf 1.34. Zusatz von sehr geringen Prozentsätzen C₁₂-Alkohol konnte diese unerwünschte Nebenerscheinung jedoch grösstenteils beseitigen: bei der ersten Spülung genügte 0.03 % C₁₂-Alkohol, um das spezifische Gewicht dauernd auf 1.77 zu halten, die zweite Spülung ergab mit 0.05 % Alkohol ein spez. Gewicht nach Rühren von 1.70.

GEPLANTE UNTERSUCHUNG:

Es soll geprüft werden, ob auch andere Tonsorten als der untersuchte Pontische Ton auf ähnliche Weise auf Quebrachozusatz reagieren (Verlängerung der Lebensdauer; Zunahme der "fluffiness", die jedoch durch C₁₂-Alkohol behoben werden kann). Danach kommt die Frage der Wirksamkeit anderer kolloidaler Stoffe als Quebracho zur Bearbeitung.

II-A-8.

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

Wegen Personalmangel kann an diesem Auftrag 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
 ANTIMONTRICHLORID.

1. UNTERSUCHUNGSTHEMA:

Extraktion verschiedener Grundstoffe mit Antimontrichlorid.

In Anschluss an die Extraktion von entparaffinierten und konzentrierten Lisse Pakura Rückstand aus TMC 672 wurde, in Erwartung der Ostmark- und R.A.G.-Grundstoffe, mit der Extraktion von Irak Rückstand TMC 7098 angefangen.

2. UNTERSUCHUNGSTHEMA:

Vergleichende Bestimmung des Entschwefelungsvermögen von Antimontrichlorid gegen Schwefeldioxyd.

Als Vergleichsbasis wurde hierfür der Rückgang in Schwefelgehalt durch Extraktion eines Schmieröledestillates gewählt, da Schwefeldioxyd für Extraktion von Rückstandsölen nicht brauchbar ist.

ZUSAMMENFASSUNG DER UNTERSUCHUNG:

Es wurden einige einfache Extraktionen eines Lagunillas und eines Quaiyarah Destillates ausgeführt und die S-Gehalte bei gleicher Raffinat Ausbeute verglichen:

| Grundstoff | Extraktionsmittel | Extraktions-temp. °C | Gew. % Raff. | Schwefelgehalt Raff. |
|---|--------------------|----------------------|--------------|----------------------|
| Lagunillas Re-destillat, S-Gehalt 2,12% | 60 Vol. % $SbCl_3$ | 80 | 57,2 | <u>0,92</u> |
| | 150 Vol. % SO_2 | -15 | 57,5 | <u>1,03</u> |
| | 75 " Benzol | | | |
| Entparaff. Quaiyarah Destill. S-Gehalt 5,0% | 60 Vol. % $SbCl_3$ | -80 | 47,3 | <u>1,3</u> |
| | 100 " SO_2 | -15 | 46,8 | <u>2,8</u> |
| | 50 " Benzol | | | |

004480

17 -

In beiden Fällen ist Antimontrichlorid im Vorteil, obwohl bei Lagunillas die Differenz nicht gross ist.

Diese Arbeit ist hiernit erledigt.

3. UNTERSUCHUNGSTHEMA:

Semitechnische Versuche betreffend eine aufige Extraktion und Rückgewinnung von $SbCl_3$.

Eine kurze Übersicht der Sachlage ist wünschenswert.

a) Schema der semitechnischen Mira-Sol Extraktionsapparatur (siehe Abbildung).

Der zu extrahierende Grundstoff und das Lösungsmittel werden in den Mischer (Typus Zylindermischer) eingeführt, in dem die Emulgierung stattfindet. Die gebildete Emulsion wird, nachdem sich das Extraktionsgleichgewicht eingestellt hat, in das Absetzrohr abgelassen, wo sie sich in Raffinat- und Extraktphase spaltet.

Aus der aus dem Absetzrohr austretenden Extraktphase wird das Lösungsmittel gleich zurückgewonnen und erneut für Extraktion verwendet zu werden. Dies erfolgt mittels Destillation.

Die Extraktphase wird nämlich durch einen Verdampfer hindurchgeleitet, wodurch der grösste Teil des Lösungsmittels verdampft. Die Flüssigkeit-Dampf-Mischung wird in die Destillationssäule I eingeführt. Der Dampf steigt auf, der noch Lösungsmittel enthaltende Extrakt geht nach unten. Das restliche Lösungsmittel wird aus dem Extrakt entfernt mittels Abstreifen mit übererhitztem Xyloldampf. Aus dem Boden von Säule I kann also Extrakt abgelassen werden, der praktisch von Lösungsmittel befreit ist. Der aus Säule I austretende Dampf, bestehend aus einer Mischung von Lösungsmittel- und Xyloldampf (etwaiges Öl wird mittels eines kleinen Xylolrückflusses in Säule I zurückgedrängt) wird in Säule II eingelassen und darin durch Dephlegmation getrennt. Aus dem Boden erhält man das Lösungsmittel; der oben aus der Säule austretende Dampf besteht aus Xylol.

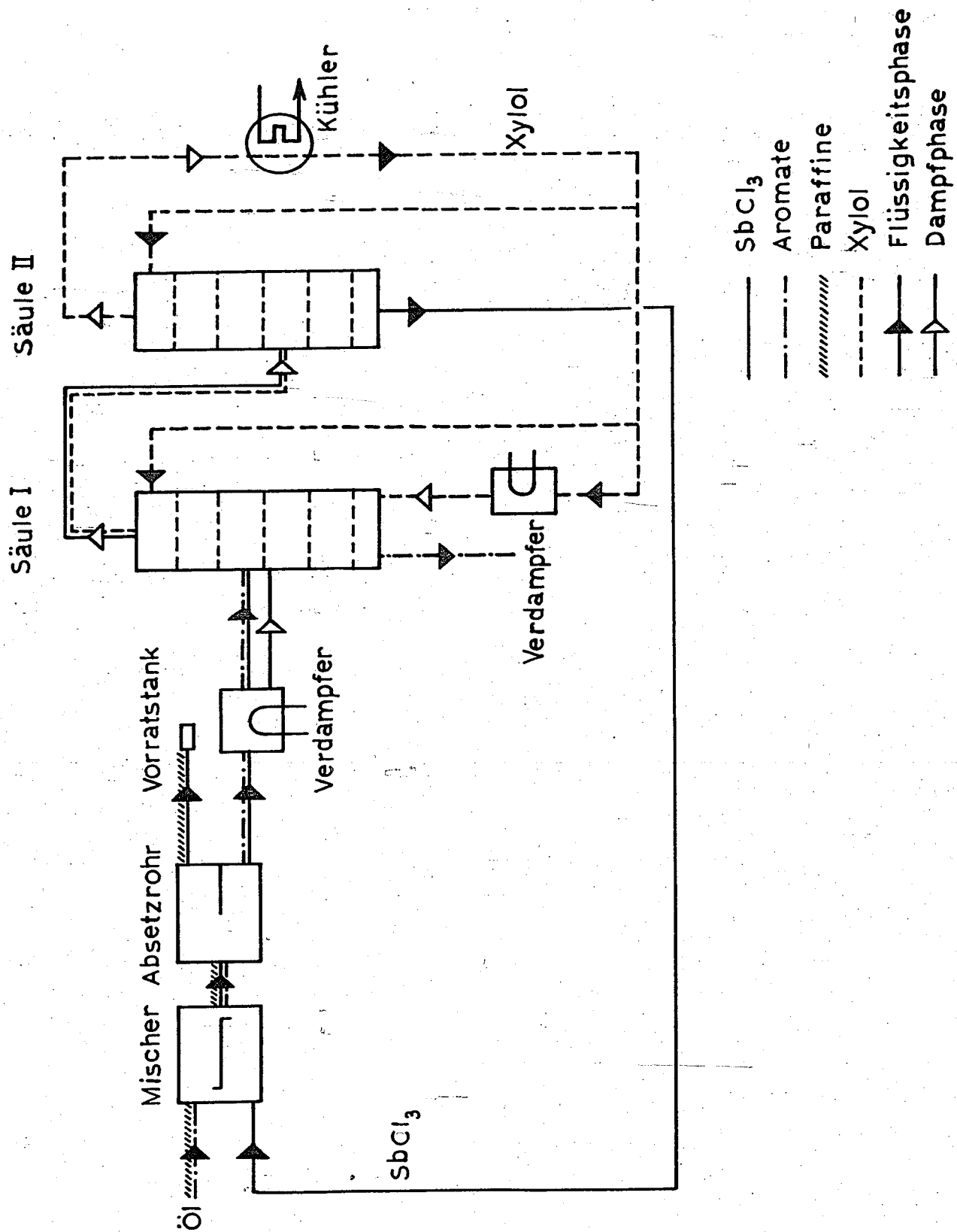
Die aus dem Absetzrohr austretende Raffinatphase wird nach einem Vorratsgefäss geführt und dort zeitweilig gelagert; die Rückgewinnung des Lösungsmittels aus der Raffinatphase erfolgt vorläufig nachträglich in der gleichen Destillationsapparatur wie für die Extraktphase benutzt wird.

b) Probleme, Ergebnisse und noch auszuführende Arbeiten.

I. Rückgewinnung.

Bei der Rückgewinnung des kostspieligen Antimontrichlorids mittels Destillation tritt Verlust des Lösungsmittels auf durch:

004481



1. unvollständige Trennung des Lösungsmittels von Extrakt und vom Raffinat;
2. Zersetzung des Lösungsmittels bei der Reaktion mit dem Kohlenwasserstoff.

Mittels Versuche mit einem Mikrodestillationsapparat wurde geprüft wie diese Destillation vorzunehmen wäre zur Erzielung eines minimalen Gesamtverlustes. In dieser Weise haben wir festgestellt, dass das Lösungsmittel durch Destillation unter erniedrigtem Druck von etwa 4 - 5 cm Hg zurückzugewinnen wäre. (Dampf darf bei der Destillation nicht angewandt werden, da dieser mit Antimontrichlorid reagiert unter Bildung von Antimonoxychlorid-SbOCl- und Salzsäure).

Zum Abstreifen wurde übererhitzter Xyloldampf gewählt. Dieser Stoff reagiert nicht mit dem Antimontrichlorid und lässt sich davon leicht mittels Destillation trennen.

Die analytischen Methoden zur Messung der Zersetzung in der semitechnischen Apparatur mussten zunächst auf ihre Zuverlässigkeit erprobt werden. Als beste Bestimmungsmethode bewährte sich die Messung des bei der Zersetzung entstandenen Chlorwasserstoffes.

Aus Versuchen mit der semitechnischen Apparatur folgt, dass der Verlust an Lösungsmittel bei der Destillation der Extraktphase etwa 0,6% des in der Extraktphase befindlichen Antimontrichlorids beträgt und bei der Destillation der Raffinatphase etwa 1% der (kleinen) Menge Antimontrichlorid in dieser Raffinatphase. Für die zur Extraktion benutzte Gesamtmenge Antimontrichlorid bedeutet dies einen mittleren Verlust von 0,66%.

Die Aufgabe liegt nun vor, den Verlust an Lösungsmittel noch zu reduzieren, wenn irgend möglich auf etwa 0,2% in einer technischen Anlage. Dies wäre wahrscheinlich möglich bei Anwendung einer Säule mit kürzerer Reaktionszeit. Versuche in dieser Richtung werden in Angriff genommen.

II. Extraktion.

Bei der Extraktion handelt es sich darum, das Extraktionsgleichgewicht schnell zu erreichen und die gebildete Emulsion schnell absetzen zu lassen; diese beiden Faktoren bedingen die Abmessungen der Apparatur.

Ein schnell eintretendes Extraktionsgleichgewicht ist von einer guten Mischung abhängig; dabei haben sich keine Schwierigkeiten ergeben. Die entsprechende lange Absetzzeit konnten wir mittels der bereits in vorigen Monatsbericht (Mai 1943, Seite 20) beschriebenen Rezirkulation der Raffinatphase wesentlich bekürzen.

Wir sind nun damit beschäftigt die erforderlichen quantitativen Daten über Mischen und Absetzen zu sammeln, wofür eine ununterbrochene Versuchsdauer von etwa 36 Stunden nötig ist, die wir wegen Schwierigkeiten mit den Pumpen in letzter Zeit nicht erreichen konnten.

Daneben fordert die Anfüllung der insgesamt verfügbaren Menge Antimontrichlorid viel Zeit; da wir diesen Stoff nicht mehr als solchen bekommen können, bereiten wir ihn nun durch Lösen von Antimonmetall in Königswasser, mit nachträglicher Abdestillation des gebildeten Antimontrichlorids. Diese Bearbeitung in der einzigen verfügbaren Glasapparatur ist jedoch sehr zeitraubend.

II-B-2.

QUALITÄTS- UND AUSBEUTE-
STEIGERUNG VON HOCH-
WERTIGEN SCHMIERÖLEN DURCH
PERKOLATION ÜBER SELEKTIVEN
ADSORPTIONSMITTELN.

In der Berichtsperiode wurde wegen Personalmangel an dieser Untersuchung nicht gearbeitet.

II-B-3.

VERBESSERUNG VON
EXTRAKTIONSVERFAHREN.

In der Berichtsperiode wurden hierfür keine Untersuchungen vorgenommen. Das betreffende Personal war bei II-B-1 eingeschaltet.

II-B-4.

KONSTITUTIONSERMITTLUNG VON
MINERALÖLEN DURCH SPEKTRALANALYSE.

1) Raman-Analyse.

Einschränkung der für eine Analyse benötigten Flüssigkeitsmenge:

In einigen Fällen stellte es sich als schwierig oder gar unmöglich heraus für die Raman-Analyse die erforderlichen 20 cc des zu prüfenden Produktes zur Verfügung zu stellen. Aus diesem Grunde wurde eine kleinere Raman-Kuvette mit einem Inhalt von 8 cc angefertigt; im Gebrauch ergab sich jedoch, dass diese Kuvette der optischen Homogenität der Flüssigkeit viel höhere Anforderungen stellt als es bei der grösseren Kuvette der Fall war. Es werden die dazu erforderlichen Verbesserungen an der Apparatur nun vorgenommen.

Nach Beendigung dieser Abänderungen wird die Apparatur vorläufig für Rhenania Untersuchungen benutzt werden.

2) Chemisch-analytische Spektrographie.

Siehe unter F, Seite 53 dieses Berichtes.

II-B-5.

MESSUNG VON GAS-
FLÜSSIGKEITSGLEICHGEWICHTEN.

Gas-Flüssigkeitgleichgewichte von Kohlenwasserstoff-Schwefeldioxyd-Gemischen.

Für die Berechnung von Edeleanu-Anlagen mussten die Gleichgewichte von Schwefeldioxyd mit verschiedenen Alkanen, hauptsächlich bei Drucken von 1-6 Atm. und Temperaturen von 0-200°C, gemessen werden. Die betreffende Apparatur wurde im vorigen Monatsbericht beschrieben.

In der Berichtsperiode wurden die Löslichkeiten von Schwefeldioxyd in n C₇, n C₉, n C₁₀ und n C₁₆ bei 1 Atm. in der uns interessierenden Temperaturstrecke bestimmt.

Die Messungen werden bei anderen Drucken fortgesetzt.

II-B-6.

STUDIUM ZUR HERSTELLUNG HOCHWERTIGER SCHMIER-
FETTE UNTER BERÜCKSICHTIGUNG DES EINFLUSSES DER
KOMPONENTEN UND DER ARBEITSBEDINGUNGEN.

1) Der Einfluss der Herstellungsweise auf die Eigenschaften von Kalkfetten.

Zur Beantwortung der Frage ob bei der Bereitung eines Fettes im geschlossenen System das Ergebnis verschieden ist von dem bei Anwendung der Bereitungsweise im offenen System, führten wir die folgenden Versuche aus:

In unserem 100 Liter Autoklav kochten wir Fette bei geöffnetem bzw. bei geschlossenen Manloch unter übrigens möglichst gleichen Versuchsbedingungen.

Es konnten keine wesentlichen Differenzen zwischen den in dieser Weise bereiteten Fetten nachgewiesen werden.

Die Untersuchung ist hiermit vorläufig abgeschlossen. Wir werden vor allem unsere Aufmerksamkeit nun dem folgenden Thema widmen.

2) Der Einfluss des Rezeptes auf die Eigenschaften von Kalkfetten.

Fette aus verschiedenen Palmitin-Ölsäuremischungen wurden auf vergleichbare Weise in der Standard-Laboratoriumapparatur bereitet. Es wurde gekocht mit Mischungen mit Jodzahlen 0, 10, 30, 45, 60, 75, 90. Bei jeder Jodzahl wurden Fette mit verschiedenen Säuregraden gekocht.

Die Ergebnisse können wie folgt zusammengefasst werden:

Mit Palmitinsäure allein entsteht kein gutes Fett. Zusatz von Ölsäure ist notwendig. Mit Mischungen mit einer Jodzahl von etwa 30 an werden gute Fette erhalten. Die in jeder Hinsicht besten Fette erhält man wenn man Mischungen mit einer Jodzahl etwa 60 wählt.

Die Fette werden im allgemeinen mit zunehmendem Säuregrad weicher; Fette aus Ölsäure allein verhalten sich in dieser Hinsicht jedoch gerade umgekehrt; sie werden härter mit zunehmendem Säuregrad. Diese Erscheinungen können durch die mikroskopische Untersuchung erklärt werden.

Wir werden nun prüfen welchen Einfluss die Kettenlänge der benutzten Fettsäure hat, bevor wir den Einfluss mehrfach ungesättigter Fettsäuren (Linolsäure) untersuchen.

3) Kolloidchemische Untersuchung: Rheologisches Verhalten von Fetten bei niedriger Schubspannung.

Die Messungen mit dem Plastometer von Kalkfetten mit Ölen verschiedener Viskosität werden fortgesetzt. Da für diesen Teil der Untersuchung nur wenig Zeit zur Verfügung steht, schreitet er nur langsam fort.

I-B-7.

ENTWICKELN VON ANALYSEMETHODEN FÜR
KOHLENWASSERSTOFF-GEMISCHTE AUS DEM
SCHMIERÖLGEBIETE: GRUPPENANALYSE UND
STRUKTURANALYSE ZUR AUFKLÄRUNG DER CHEMI-
SCHEN KONSTITUTION VON SCHMIERÖLEN.

1) Sammlung repräsentativer Erdölfraktionen.

In den vorigen Monatsberichten gaben wir eine allgemeine Übersicht der Arbeiten zur Herstellung einer Sammlung repräsentativer Erdölfraktionen. Diese Arbeiten er-

ströcken sich auf eine lange Zeit und machen monatlich nur wenig Fortschritte, so dass wir uns in folgenden auf kurze Tätigkeitsberichte beschränken werden und nur gelegentlich, wenn sich neue Gesichtspunkte dargeboten haben, die Materie eingehender besprechen wollen.

Im vergangenen Monat wurden verschiedene Fraktionen des Miri-Öles vorhydriert und stufenweise weiterhydriert.

Die völlige Hydrierung und Entaromatisierung der Fraktionen der ersten fünf Öle (Penna, Bilik, Oklahoma, Southern und Tarakan) zufolge der im vorigen Monatsbericht gegebenen Richtlinien sind im Gange. Da die Entaromatisierung mittels vorsichtiger Sulfonierung ein für viele Zwecke befriedigendes Resultat gibt, sind viele Fraktionen auf diese Weise behandelt worden. Nur kleine Portionen verschiedener Fraktionen werden auf andere Weise entaromatisiert werden (Perkolations- oder Hydrierung mit viel Katalysator und Unterlassung der Extraktion, abhängig von Öltypus) um für die exakte Gruppenanalyse gebraucht zu werden.

2) Exakte Gruppenanalyse der Erdölfraktionen.

Wie im vorigen Monatsbericht erwähnt, brauchen wir für die exakte Gruppenanalyse die Kenntnis des mittleren Molekulargewichtes und der Elementarzusammensetzung der nichthydrierten (eventuell: vorhydrierten) und der vollständig hydrierten Erdölfraktionen.

Die Molekulargewichtsbestimmungen der verschiedenen Erdölfraktionen sind grossenteils fertig gekommen. Es hat sich dabei herausgestellt, dass in vielen Fällen die Vorhydrierungen und Hydrierungen von einer geringen Spaltung begleitet werden; diese Spaltung war besonders ausgeprägt bei der Vorhydrierung des schwefelreichen Southern-Öles. Es muss noch geprüft werden inwiefern diese Spaltung das Resultat der exakten Gruppenanalyse beeinflussen kann.

Die Elementaranalysen der nichthydrierten und vorhydrierten Fraktionen sind fast alle fertig; mit denen der vollständig hydrierten und entaromatisierten Fraktionen haben wir angefangen.

3) Prüfung und Verbesserung der Waterman-Ringanalyse.

Für die Prüfung der Waterman-Ringanalyse müssen wir neben der exakten Gruppenanalyse von vielen Erdölfraktionen auch die spezifische Refraktion (zu berechnen aus Dichte und Brechungsexponenten) und den Anilinpunkt dieser Fraktionen kennen. Diese physikalischen Grössen sind jetzt für alle zur Verfügung stehenden Fraktionen bestimmt worden. Die Prüfung der Waterman-Ringanalyse ist aber erst endgültig möglich wenn auch die Gruppenanalyse und die physikalischen Grössen der vollständig entaromatisierten Fraktionen bekannt sind.

4) Strukturanalyse der im Öl vorkommenden Kohlenwasserstoffe.

Wir haben einen ersten Entwurf gemacht für eine Apparatur zur Messung der Strömungsdoppelbrechung. Bevor wir diese Apparatur anfertigen lassen, wollen wir uns erst experimentell über die in den Quarzfenstern durch Druck hervorgerufene Doppelbrechung orientieren.

Als erstes Adsorbens für die chromatographische Analyse von Schmierölkohlenwasserstoffen wählten wir aktive Tonerde. Wir orientieren uns jetzt über die geeignetste Korngrösse und wollen dann das Trennungsvermögen prüfen von Tonerden, die auf verschiedenen Temperaturen vorerhitzt sind. An erster Stelle sind Versuche geplant mit Gemischen von Hexatriakontan und p-Dicetylbenzol, gelöst in n.Pentan oder in Cyclohexan.

II-B-8.

VORHERSAGUNG ÜBER SPALTEIGNUNG VON
MINERALÖLEN AUF GRUND GEWISSE
PHYSIKALISCHER KONSTANTEN.

Der im vorigen Monat angekündigte Bericht über die "Kennziffer" von etwa 60 Fraktionen unserer repräsentativer Erdölsammlung ist erschienen (Amsterdamer Bericht Nr. 9026 von 28. Mai 1943 von Dr. Leendertse).

Anschliessend an diese Untersuchungen prüfen wir jetzt den Zusammenhang zwischen Kennziffer, Anilinpunkt, Wasserstoffgehalt, Viskosität, usw. Diese Arbeit wird noch einige Monate in Anspruch nehmen.

II-B-9.

VERBESSERUNG VON PHYSIKALISCHEN
TRENNMETHODEN FÜR KOHLENWASSERSTOFFE
AUS DEM BENZINGEBIETE.

Rektifikationsanlage nach Fenske.

Vorigen Monat berichteten wir über Messungen des Rektifikationsvermögens unserer Fenske-Anlage von 3 Meter Höhe und 2 cm Durchmesser; die optimale Bödenzahl fanden wir gleich 110 bei einer Rückflussmenge von etwa 0,6 Liter/Stunde.

Zur Kennzeichnung eines absatzweise arbeitenden Rektifikationsapparates ist ausser der Bödenzahl im besonderen auch der Flüssigkeitsinhalt der Kolonne während der Operation ("Holdup") eine wichtige Grösse. Durch diese Grösse wird, in Zusammenhang mit der Blasenfüllung, die Ausbeute bestimmt, mit der eine bestimmte Komponente aus einer gegebenen Mischung isoliert werden kann.

Wir messen den "Holdup" unseres Apparates mit einem binären Gemische von Methylcyclohexan und sek. Butylnaphtalin.

Das Methylcyclohexan hat ungefähr die mittlere Flüchtigkeit eines Benzins (wofür unser Apparat vorwiegend gebraucht wird); das sek. Butylnaphtalin ist mit Methylcyclohexan in allen Verhältnissen mischbar, doch ist sehr wenig flüchtig, weshalb es während der Rektifikation mit vollständigem Rücklauf völlig in der Blase zurückbleibt. Aus dem Konzentrationsunterschied von Butylnaphtalin in der Blase vor und während der Operation lässt sich der "Holdup" der Kolonne einfach berechnen.

Bei konstanter Kolonnenheizung (so gewählt, dass eine möglichst adiabatische Wirkung des Apparates gewährleistet war) erwies sich der "Holdup" als ziemlich stark abhängig von der Blasenheizung, d.h. von der Rückflussmenge:

| Rückfluss in Liter/Stunde | "Holdup" in g. Meth.c.hex. | Bemerkungen |
|---------------------------|----------------------------|--|
| 0,26 | 63 | Ohne vorangehende Benetzung durch Stauung |
| 0,58 | 82 | |
| 0,82 | 98 | |
| 0,41 | 83 | Nach vorangehender gründlicher Benetzung der Kolonnenfüllung durch Stauung |
| 0,64 | 98 | |
| 0,86 | 115 | |

Bei optimaler rektifizierender Wirkung der Kolonne (Rückfluss 0,6 l/h, nach vorangehender Stauung) beträgt der "Holdup" also etwa 100 Gramm Methylcyclohexan, d.h. etwa 130 cm³.

Dieser ziemlich grosse "Holdup" ist Ursache, dass unsere 3 Meter Fenske-Kolonne nur brauchbar ist in Fällen wo Muster von wenigstens 300 cm³ zur Verfügung stehen. Sind nur kleinere Muster vorhanden, dann müssen wir uns mit dem Gebrauch von Kolonnen mit kleinerer Bödenzahl begnügen.

Wir haben deshalb neben unseren alten "Snit-huysen"-Kolonnen (2 Meter Länge, 20-25 theoretische Böden, 12-15 cm³ "Holdup") und den neuen Fenske-Kolonnen (3 Meter Länge, 110 theoretische Böden, 100-130 cm³ "Holdup") noch zwei andere Kolonnentypen entwickelt, die ein gutes Trennungsvornögen mit einem so niedrig möglichen "Holdup" verbinden. Hierüber wollen wir nächsten Monat berichten.

II-B-10.

ERHÖHUNG DES KLOPFWERTES VON
KRAFTSTOFFEN DURCH ISOMERISATION
UND DEHYDRIERUNG.

Dehydrierung von Kohlenwasserstoffen.

1°) UNTERSUCHUNGSTHEMA:

Wir haben bereits darauf hingewiesen, dass die Entschwefelung von Benzinen über mit Lauge imprägniertes Norit ein noch patentfähiges Verfahren erscheint.

ZUSAMMENFASSUNG DER UNTERSUCHUNG:

Wir haben nun zunächst geprüft, ob das Verfahren tatsächlich als ein mehr oder weniger "katalytisches" Verfahren betrachtet werden darf, ob m.a.W. das Norit durch die Behandlung mit Dampf bei 500°C seine entschwefelnde Wirkung wieder vollständig zurückerlangt. Ausserdem interessierte es uns in technischer Hinsicht, ob die Aktivität auch auf die lange Dauer, also bei wiederholtem Wechsel von Arbeits- und Regenerationsphasen, aufrecht erhalten bleibt.

Es stellte sich nun heraus, dass beide Fragen bestätigend beantwortet werden können.

So konnten wir den Schwefelgehalt des bereits erwähnten Irak straightrun Benzins nicht nur durch Überleiten über frischen Katalysator bei 400°C von 0,13% auf 0,01 - 0,02% reduzieren, sondern erhielten auch dasselbe Ergebnis nach Regenerierung mit Dampf bei 500°C. Nach einer "Arbeitsperiode" von 8 Stunden war eine Regenerationsperiode von rund 16 Stunden erforderlich; nach einer Arbeitsperiode von 24 Stunden betrug die Regenerationszeit rund 18 Stunden. Das Verhältnis zwischen Arbeits- und Regenerationsperiode genügt den technischen Anforderungen.

Was den zweiten Punkt betrifft können wir noch mitteilen, dass über eine bereits während 229 Arbeitsstunden und 278 Regenerationsstunden benutzte Noritfüllung ein Irak Spaltbenzin noch befriedigend entschwefelt werden konnte, wobei der Gehalt von 0,7 Gew.% auf rund 0,1 Gew.% reduziert wurde.

Zum Vergleich möge dienen, dass wir, zur Erzielung eines vergleichbaren Entschwefelungsgrades durch Behandlung mit konzentrierter Schwefelsäure, für beide Typen Benzin eine Menge von 5 Gew.% konz. H_2SO_4 anwenden mussten. Während bei der katalytischen Entschwefelung des straightrun Benzins praktisch keine und beim Spaltbenzin nur geringe Stoffverluste auftraten, ist bei der Behandlung mit Schwefelsäure jedenfalls mit wesentlichen Verlusten zu rechnen, deren Grösse sich in Laboratoriumsmassstab schwer repräsentativ festsetzen lässt.

GEPLANTE UNTERSUCHUNG:

Zwecks der Einreichung einer Patentanfrage haben wir einige andere Träger und alkalische Zusätze zu untersuchen und weiter die richtigen Abgrenzungen festzusetzen.

2°) UNTERSUCHUNGSTHEMA:

Bei der Bereitung unseres Cr_2O_3 -haltigen Reformkatalysators stiessen wir auf die Schwierigkeit, dass unser einziger noch verfügbarer Grundstoff, Ammoniumbichromat, durch Reduzieren mit Methanol in salpetersaurem Milieu eine Chromnitratlösung ergab, aus der kein guter Katalysator bereitet werden konnte.

Die Aktivität war zwar sehr gut, aber die thermische Beständigkeit liess viel zu wünschen übrig. Wir schrieben dies der Bildung Werner'scher Komplexe zu.

ZUSAMMENFASSUNG DER UNTERSUCHUNG:

Indem wir die Umsetzung des Bichromats nicht mit Methanol sondern mit Formalin ausführten, erhielten wir eine Chromnitratlösung, deren tiefblaue Farbe darauf hinwies, dass keine Werner'schen Komplexe anwesend waren. Der mit dieser Lösung bereitete Katalysator hatte nun sehr befriedigende Eigenschaften; seine Aktivität war gleich gut wie die eines aus reinem Chromnitrat bereiteten Normalkatalysators, indem auch seine Thermostabilität nichts zu wünschen übrig liess.

GEPLANTE UNTERSUCHUNG:

Wir werden jetzt also instande sein eine gute Katalysatorfüllung für unsere semi-technische Apparatur zu bereiten und hoffen bald damit anzufangen.

3°) UNTERSUCHUNGSTHEMA:

Während der Bereitung unseres Reformkatalysators ist das durch Kopräzipitation erhaltene Gallert von Chromhydroxyd und Aluminiumhydroxyd nach Zusatz der richtigen Menge Kaliumhydroxyd vom chemisch nicht-gebundenen Wasser zu befreien. Bei der Laboratoriumbereitung führten wir diese Entwässerung immer dadurch aus, dass wir das Gallert mit Toluol mischten und danach abdestillierten. Auf diese Weise erhielten wir, nach Tablettierung und Nachtrocknung bei 350°C in einem Wasserstoffstrom, immer sehr aktive Katalysatoren.

Bei der Bereitung in grösserem Massstab erschien uns diese Entwässerung mit Toluol weniger günstig und wir versuchten deshalb den gleichen Effekt zu erzielen mit Hilfe eines Trockenschrankes.

ZUSAMMENFASSUNG DER UNTERSUCHUNG:

Das noch feuchte Katalysatormaterial ist bei höheren Temperaturen sehr luftempfindlich. Es lag also auf der Hand zu versuchen die Entwässerung in einem Vakuum-Trockenschrank, den wir auf 150°C einstellten, vorzunehmen.

Der so bereitete Katalysator hatte eine Aktivität, die nur wenig niedriger war als die eines auf dem Wege der Toluoltrocknung bereiteten Normalkatalysators; die Thermostabilität liess jedoch viel zu wünschen übrig.

Ausgehend von der bereits genannten Erwägung, dass die Entwässerung bei möglichst niedriger Temperatur in Abwesenheit von Luft erfolgen soll, haben wir darauf die Bereitung noch einmal wiederholt bei einer Trockenschranktemperatur von 105°C, indem fortwährend ein geringer Wasserstoffdruck (insgesamt 4 cm/Hg) in Schrank aufrecht erhalten wurde.

Auf diese Weise erhielten wir einen Katalysator, der allen Anforderungen genügt.

In Zukunft werden wir eine grössere Katalysatorfüllung also nicht mehr mit Hilfe von Toluol, sondern im Vakuum-Trockenschrank in einer verdünnten Wasserstoffatmosphäre entwässern.

II-B-11.

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

1. Apparatur zur Messung des Strömungswiderstandes und der Wärmeübertragung in mit Katalysatorfüllung versehenen Röhren.

In der Berichtsperiode wurden die vor kurzem angefangenen Messungen fortgesetzt.

Im Gegensatz zu dem anfänglichen Eindruck stellen die Messergebnisse, zunal was den Wärmeübertragungskoeffizienten betrifft, sich als nicht ganz zufriedenstellend heraus; dies soll mit Schwankungen in der Temperatur des Heizdampfes zusammenhängen. Wir werden nunmehr den Apparat mit einem gut regulierbaren Heizbad versehen.

2. Messung der Viskosität von Gas- und Dampfgemischen.

Bei mancherlei konstruktiven Fragen ist die Viskosität des zu verarbeitenden Gasgemisches von grosser Bedeutung. Diese Viskosität ist für die meisten Gase wohl, für Dämpfe weniger, für Gas- und Dampfgemische überhaupt nicht bekannt. Wir entwarfen deshalb - wie bereits mitgeteilt - eine einfache Messapparatur zur schnellen Bestimmung dieser Viskositäten.

In der Berichtsperiode kam die erste Serie Messungen (u. a. an Acetylen-Wasserdampf; Methanol-Luft) fertig. Dabei fanden wir für die Einzelkomponenten gute Übereinstimmung mit den Literaturdaten, sowohl was die Viskosität wie den Temperaturskoeffizienten betrifft, so dass hierdurch die Zuverlässigkeit der Messmethodik nachgewiesen ist.

Bei den Gemischen (worüber keine Daten vorlagen) stellt sich die $\eta - x$ Kurve nicht als eine gerade, sondern sogar als eine ziemlich stark gebogene heraus.

Es ist denn auch sogar für annähernde Berechnungen nicht zulässig die Viskosität eines Gasgemisches linear aus der der Komponenten zu berechnen. Wir sind also auf Messung angewiesen.

Dazu eignet sich unser Apparat sehr gut. Wir werden ihn also vorkommendenfalls benutzen können.

3. Faktoren, welche die Tablettierbarkeit von Katalysatoren beherrschen.

Beim Mahlen getrockneter Katalysatormassen entsteht immer ausser einer ziemlich grossen Menge Abfallpulver ein Produkt von ungleichmässiger Korngrösse (was einen grösseren Strömungswiderstand bedeutet); ausserdem hat man die wichtige mechanische Festigkeit der Katalysatorkörner nicht in der Hand. Zur Beseitigung dieser Beschwerden ist deshalb in der Technik Tablettierung üblich, eventuell mit Zusätzen.

Wir wissen aus eigener Erfahrung, dass diese Tablettierung in einigermaßen grösserem Maszstab oft Schwierigkeiten ergibt, so dass wir hierüber eine Literaturforschung und anschliessende Versuche anstellten. Dabei ergab sich die Bedeutung der folgenden 3 Faktoren: 1° die Feuchtigkeit; 2° die Korngrösse; 3° die Anwesenheit eines "Gleitmittels". Passt man diese dem besonderen Objekt an, so kann nahezu immer ein gutes Resultat erzielt werden. Es ist uns denn auch jetzt möglich Pulver, deren Tablettierbarkeit grundsätzlich festgestellt worden ist, in unserer senitech-nischen Pillenpresse mit einer Leistung von 3 L/St. zu verarbeiten.

Wir wollen jetzt noch eine Versuchsmethodik für die mechanische Qualität von Katalysatorpillen ausarbeiten.

II-B-12.

PHYSIKALISCH-CHEMISCHE UNTERSUCHUNGEN ÜBER KATALYSE UND KATALYSATOREN.

Während wir in den beiden vorigen Berichten eine allgemeine Übersicht unserer Untersuchungsmethoden gaben, möchten wir jetzt etwas näher eingehen auf eine Arbeit über Kupfer-Magnesiumoxyd-Katalysatoren, womit vor einiger Zeit angefangen wurde.

Das Problem bei dieser Untersuchung ist folgendes: Falls man gemischte Lösungen von Kupferniträt und Magnesiumniträt mit Lauge fällt, den Niederschlag der Hydroxyd abfiltriert, wäscht, trocknet und nachher mit Wasserstoff reduziert, so erhält man sehr aktive und stabile Kupferkatalysatoren, die z.B. für das Dehydrieren von Alkoholen und für das Hydrieren der Doppelbindung in Äthylen sehr geeignet sind.

Merkwürdig ist weiter, dass falls bei der Aldehydhydratierung die Aktivität nach längerer Zeit zurückgegangen ist, einfaches Erhitzen im Luftstrom genügt um bei nachfolgender Reduktion die ursprüngliche Aktivität zurückzubekommen.

Es fragt sich nun: Wie wirkt der Magnesiumoxydzusatz so günstig auf die Eigenschaften des sonst sehr temperatur-empfindlichen Kupfers? Kann man etwas näheres ausfindig machen über die Struktur dieser Kontakte?

Eine Tatsache, die den Fall noch interessanter macht, möchten wir kurz erwähnen. Man könnte daran denken, dass das Magnesiumoxyd mittels Mischkristall- oder Verbindungsbildung die Dispergierung des Kupfers und das Auftreten von Störstellen in dessen Gitter förderte. In der Literatur findet man aber keine Andeutungen für das Auftreten von Mischkristallen oder Verbindungen weder bei den Oxyden der beiden Metalle, noch bei den Hydroxyden. Wenn diese Angaben richtig sind, so liegt hier eine Art Trägerwirkung vor, die grundverschieden ist von allen Fällen, die wir bisher mit Erfolg studierten.

Bei der Untersuchung, mit der wir jetzt beschäftigt sind, werden wir danach streben Katalyse, Röntgenographie und Oberflächenmessung mittels Adsorption zusammen zu verwenden.

UNTERSUCHUNGSTHEMA WÄHREND DER BERICHTSPERIODE.

Die Bereitung einiger Katalysatoren mit verschiedenem Verhältnis Kupfer zu Magnesiumoxyd; Vorbereitung einer Apparatur zur Messung der katalytischen Aktivität.

ZUSAMMENFASSUNG DER UNTERSUCHUNG:

Um eine Reihe möglichst reproduzierbar bereitete Katalysatoren mit wechselndem Verhältnis Kupfer zu Magnesiumoxyd herzustellen, wurde zuerst festgestellt bei welchem p_H beide Hydroxyde ziemlich vollständig präzipitiert werden ohne mehr Lauge zu verwenden als unbedingt nötig ist. Gefunden wurde, dass $p_H = 10$ ungefähr richtig ist. Sodann wurden unter fortwährender Kontrolle des p_H und peinlichstem Konstanthalten der übrigen Bedingungen sechs verschiedene Katalysatoren hergestellt wobei das erwartete Mol-Verhältnis Cu : Mg gleich 0/10, 1/9, 1/4, 1/1, 4/1, 9/1 sein sollte.

Unterlassen wurde eine Apparatur fertiggestellt in der die Hydrierung von Olefinen ($C_5 - C_8$) studiert werden kann. Vorläufige Versuche waren jedoch noch nicht recht befriedigend.

GEPLANTE WEITERE UNTERSUCHUNG:

Analyse der hergestellten Katalysatoren, Messung der Oberfläche und röntgenografische Untersuchung. Fortsetzung und Verbesserung der Katalysatorversuche.

II-B-13.

AUFBAUREAKTIONEN DURCH PHOTOCHE-
MISCHE EMBSTÄNDIGE ANLAGERUNG VON HALOGEN-
WASSERSTOFF AN OLEFINEN.

UNTERSUCHUNGSTHEMA:

Kostenvergleich zwischen der photochemischen und peroxydischen Anlagerung von HBr an Allylchlorid.

Es war bereits bekannt, dass bei der Anlagerung von Chlorwasserstoff an Allylchlorid (die nur mit niedriger Ausbeute verwirklicht werden kann) die Anlagerung unter Einfluss von Benzoylperoxyd bedeutend billiger ist als die Anlagerung unter Einfluss von ultraviolettem Licht. Die Aufgabe lautete jetzt, zu prüfen, ob diese Folgerung auch der Anlagerung von Bromwasserstoff gilt, wovon bekannt ist, dass sie sowohl peroxydisch wie photochemisch sehr glatt verläuft.

Für einen Kostenvergleich sollte jetzt bestimmt werden: einerseits wie gross der Minimumprozentsatz benötigten Benzoylperoxyds ist; andererseits welche photochemische Umsetzung in einer bestimmten Brennzeit der Lampe erzielt werden kann.

ZUSAMMENFASSUNG DER UNTERSUCHUNG:

Es wurde zunächst eine Anzahl Versuche angestellt, wobei eine Mischung von Allylchlorid + HBr mit etwa 10% HBr-Überschuss unter eigenem Dampfdruck einheitlich bestrahlt wurde; die Reaktionsgeschwindigkeit konnte ungefähr an der Temperatursteigerung beurteilt werden und die Zusammensetzung der Reaktionsmischung wurde nach einer bestimmten Bestrahlungsdauer bestimmt.

Dabei stellte sich schon bald heraus, dass eine grosse Beschleunigung der Reaktion auftrat, falls die Reaktionsmischung nicht vollkommen frei von sich spontan aus Luft und Allylchlorid bildenden "eigenen" Peroxyden war. So ergab eine vollkommen peroxydenfreie Mischung nach 10 Minuten Bestrahlung ein Produkt mit 73% 1-3-Additionsprodukt, während eine Mischung, wovon das Allylchlorid $\frac{1}{4}$ Stunde intensiv mit Luft geschüttelt war, bereits nach 30 Sekunden Bestrahlung zu 97,5% in das Additionsprodukt umgesetzt worden war.

Auch ohne Bestrahlung verlief mit dieser "eigenperoxydhaltigen" Mischung die Reaktion jedoch beim angewandten Druck nahezu quantitativ, wenn auch träge. Bereits bei -40°C beginnt die Geschwindigkeit dieser Reaktion merklich zu steigen, bei 0° wird die Reaktion vermutlich in etwa $\frac{1}{2}$ Stunde beendet sein; durch Temperaturerhöhung lässt sich diese Reaktionszeit bestimmt noch weiter verkürzen. Unsere heutige Apparatur eignet sich aber nicht für genaue Messungen dieser Reaktionsdauer.

Es ist jedoch ohne weiteres deutlich, dass man für technische Zwecke eine einfache Luftbehandlung des Allylchlorids und längere Reaktionsdauer (c.q. höhere Temperatur) der Anwendung einer durch ultraviolettes Licht katalysierten Reaktion vorziehen wird.

Dieser unerwartete Fund macht einen eingehenden Kostenvergleich überflüssig, so dass wir dieses Thema hiermit abgeschlossen haben.

GEPLANTE UNTERSUCHUNG:

Wir sind damit beschäftigt einen vollständigen Bericht über alle an der endständigen Halogenwasserstoffaddition unter Einfluss von Bestrahlung oder Peroxyden ausgeführten Arbeiten aufzustellen.

II-B-14.

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

UNTERSUCHUNGSTHEMA:

Polymerisation von Olefinen unter Einfluss von Sauerstoff.

Nachdem orientierende Versuche über die Polymerisation von Ceten mit Benzoylperoxyd als Kettenanreger ausgeführt worden waren, wobei eine mässige Polymerisation mit einer Kettenlänge von etwa 4 stattfand, suchten wir nach einem kräftigeren Mittel um die Polymerisationsreaktionen zu induzieren, nämlich molekularem Sauerstoff. Dadurch wurde es erwünscht in der homogenen Gasphase zu arbeiten. Aus diesem Grunde wählten wir das Propen als Olefin.

In der Literatur ist die durch eine Oxydationsreaktion induzierte Polymerisation beschrieben durch Lohrer (J. Am. Chem. Soc. 54 (1930)) der unter atmosphärischem Druck und bei ungefähr 500°C arbeitet. Unter diesen Bedingungen hat er bei einem seiner besten Versuche aus Propen ein flüssiges Reaktionsprodukt erhalten, das für 62% aus Polymerisationsprodukten bestand.

ZUSAMMENFASSUNG DER UNTERSUCHUNG:

Wir führten zunächst eine Serie Versuche aus, bei denen Mischungen von Propen und auseinandergelassenen Mengen Sauerstoff in einen Autoklav zusammengebracht wurden. Der Sauerstoffgehalt betrug in diesem Falle 1 - 10 Vol.% auf die Mischung. Beim Erwärmen des Autoklavs tritt dann eine schnell verlaufende Verbrennungsreaktion auf, die bei 120°C und 150 Atm. Druck eine ziemlich lange Induktionsperiode aufweist, doch bei 150°C eine bedeutend kürzere Induktionszeit besitzt, während in einem Falle der Druck sogar bis über 1000 Atm. stieg.

Will man die Reaktion beherrschen, so ist eine sorgfältige Druck- und Temperaturregulierung notwendig.

Nach Ablauf der Reaktion wird der Druck aufgehoben, wobei die entweichenden Gase zu näherer Untersuchung kondensiert werden. In der Bombe bleibt dann eine grössere oder kleinere Menge Flüssigkeit zurück, die sich meistens in zwei Schichten teilt.

Es hat sich herausgestellt, dass die Menge gebildeter Reaktionsprodukte proportional mit abnehmender Menge Sauerstoff im Reaktionsgemisch zurückgeht. Bei einem Versuch mit 10 Mol.% Sauerstoff hatten 30% des Reaktionsproduktes bei 140 Atm. und 140°C einen Siedepunkt unter 100°C. Darin waren an Kohlenwasserstoffen 30 Vol.% anwesend, die aus C₆, C₇ und C₈ Olefinen bestanden. Der über 100°C kochende Teil des Reaktionsproduktes enthielt 10 Gew.% gebundenen Sauerstoff. Es ist wohl wahrscheinlich, dass in diesem höher kochenden Teil auch reine Kohlenwasserstoffe anwesend sind. Es ist jedoch nicht einfach diese zu isolieren.

Obige Versuche erregen den Eindruck, dass bei dem angewendeten Sauerstoffgehalt sich hauptsächlich Sauerstoffverbindungen gebildet haben, während wir beabsichtigten den Sauerstoff nur als Kettenanreger für eine Kohlenwasserstoffpolymerisation zu benutzen. Aus diesem Grunde haben wir auf eine zeitraubende eingehendere Analyse des erhaltenen Produktes verzichtet.

GEPLANTE WEITERE UNTERSUCHUNG:

Die Fortsetzung dieser fundamentalen Untersuchung soll in die Richtung des Verbrauchs einer bedeutend kleineren Sauerstoffmenge gehen, indem der Druck wesentlich gesteigert werden soll.

Der für diese Hochdruckarbeit zu konstruierende 3000 Atm. Autoklav ist jetzt fertig gekommen.

II-B-15.

UNTERSUCHUNG NACH DER KORROSIVEN WIRKUNG VON ERDÖLNAPHTENSÄUREN AUF METALLE.

UNTERSUCHUNGSTHEMA:

Luft mit Säure?
Prüfen durch welche Ursachen die Korrosionsgeschwindigkeit von perlitischem Gusseisen mit Gusshaut bei unecrer Prüfmethodik mit der Zeit abnimmt.

Wie im vorigen Monatsbericht erwähnt, ist die Korrosion von perlitischem Gusseisen mit Gusshaut durch naphthen-säurehaltiges Öl bei 300°C von derselben Grössenordnung wie die von weichem Stahl. Auch hatte sich herausgestellt, dass die Korrosionsgeschwindigkeit bei unseren Versuchen abnahm bei längerer Versuchsdauer. Es war nun zu prüfen, ob diese Erscheinung, ebenso wie bei weichen Stahl, auf die Bildung einer Schutzschicht zurückzuführen sei und bejahendenfalls, ob sich diese Bildung einer Schutzschicht auch in der Praxis erwarten liesse.

ZUSAMMENFASSUNG DER UNTERSUCHUNG:

Es hat sich herausgestellt, dass wenn man nach einer gewissen Korrosionszeit, die im vorliegenden Fall 41 Stunden betrug, die locker sitzende Korrosionsschicht entfernt und darauf das Stück Gusseisen in frisches Naphtensäurehaltiges Öl legt, die Korrosion mit grosser Geschwindigkeit fortschreitet. Die locker sitzende Korrosionsschicht wirkt also einiger-massen schützend. Man darf jedoch nicht erwarten, dass diese Schicht in der Praxis in fliessendem Öl entstehen wird.

Auch sind die Zahlen der Korrosionsgeschwindigkeit von perlitischen Gusseisen ohne Gusshaut und von grauem Gusseisen mit und ohne Gusshaut nunmehr bekannt. In nachstehender Tabelle sind die bisher erhaltenen Ergebnisse zusammengestellt.

| Material | Gewichtsverlust in mg/cm ² nach | | | |
|-------------------------------------|--|--------|--------|---------|
| | 10 St. | 20 St. | 50 St. | 100 St. |
| Weicher Stahl | 3,5 | 8,0 | 15,0 | 18,5 |
| Perlitisches Gusseisen mit Gusshaut | 9,5 | 11,0 | 15,5 | 16,5 |
| Idem ohne Gusshaut | 4,0 | 6,5 | 12,0 | 15,5 |
| Graues Gusseisen mit Gusshaut | 4,5 | 6,5 | 9,5 | 12 |
| Idem ohne Gusshaut | 6 | 8 | 10,5 | 13,5 |

Hieraus ist ersichtlich, dass die Korrosion der untersuchten Muster wenig verschieden ist. Weder perlitisches noch graues Gusseisen erscheint ein geeignetes Material zur Verarbeitung an Stellen wo Naphtensäurekorrosion erwartet werden kann. Dazu ist die Angreifbarkeit mindestens um einer Grossenordnung zu gross.

GEPLANTE UNTERSUCHUNG:

Fortsetzung der Versuchsserie, insbesondere mit Aluminium.

II-B-16.

GASANALYSE DURCH DESORPTION.

Das Ergebnis der Adsorptionsisothermmessungen, worüber wir vorhin berichtet haben, war, dass die Adsorption von Propan und von Propen in grossen Zügen einander gleich waren und dass Isobutan bei übereinstimmenden Temperaturen und Drucken stärker adsorbiert wird als Propan und Propen.

Wir stellten nun Trennungsversuche mit Gemischen von Propen und Isobutan an, weil diese Gemische viel schneller analysierbar sind als solche von Propan und Isobutan.

An erster Stelle führten wir Versuche aus mit Pro-
pen-Isobutan-Gemischen, bei Atmosphärendruck strömend über
gekühlte aktive Tonerde; später wurde dem Gemische Sauerstoff
hinzugefügt um im besonderen das Anfangsstadium der Adsorption
besser verfolgen zu können. Eine ziemlich gute Trennung
zwischen Propen und Isobutan erhielten wir mit einem Gemische
von 48% Sauerstoff, 26% Propen und 26% Isobutan, strömend
über 20 g auf -25°C gekühlte aktive Tonerde (Gasgeschwindig-
keit etwa 1,5 l/h):

| Minuten nach An- fang des Versuches | Zusammensetzung der durchgelassenen Gases | | | $C_3^= / O_3^= + C_4^=$ in durch- gelassenen Gase |
|--|--|-------------------------------|--------------------|--|
| | % O ₂ | % C ₃ ⁼ | % i.C ₄ | |
| 5 | 98 | - | - | nicht be- stimmbar |
| 10 | 96 | - | - | " " |
| 15 | 70 | 27 | 3 | 90 |
| 20 | 57 | 39 | 4 | 91 |
| 25 | 54 | 38 | 8 | 83 |
| 30 | 49 | 31 | 20 | 61 |
| 35 | 49 | 27 | 24 | 53 |
| 40 | 48 | 26 | 26 | 50 |

Für präparative Zwecke ist die in den ersten 20 Mi-
nuten erreichte Trennung vielleicht wertvoll; für analytische
Zwecke ist sie jedoch ungenügend.

Wir treffen jetzt Vorbereitungen für Trennungsver-
suche bei sehr niedrigen Drucken (< 1 mm); eine dazu geeig-
nete Apparatur ist in Bau begriffen.

II-B-17.

BEREITUNG VON STRASSENBAUBITUMINA AUS
SPALTRÜCKSTAND UND AUS PARAFFINHALTIGEN
BITUMINA.

UNTERSUCHUNGSTHEMA:

Beantwortung der Frage wieviel Paraffin höchstens
in Asphaltbitumina für Strassenbauzwecke zulässig ist.

Zu diesem Zweck haben wir einige Bitumina bereitet
aus sumatranischen Rohstoff mit hohem Paraffingehalt. Um
unsre Schlussfolgerungen nicht nur auf einen einzigen Rohstoff
zu gründen, musste noch ein Bitumen anderer Herkunft herge-

stellt werden, indem die so angefertigten, zu Strassenbaugenischen verarbeiteten Muster auf mechanische Eigenschaften hin zu prüfen waren.

ZUSAMMENFASSUNG DER UNTERSUCHUNG:

Als zweites Muster haben wir ein Goudron eines javanischen Rohstoffes benutzt. Wir erhielten durch Destillieren bis zu einem Rückstandsgehalt von 34,6% ein Bitumen mit den nachfolgenden Eigenschaften:

| | |
|----------------------------------|---------|
| Schmelzpunkt Ubbelohde | 58°C |
| Penetration/25°C | 71 |
| Unlöslich in 60/80 Benzin | 5,2% |
| Idem nach Behandlung mit Alkohol | 3,7% |
| Viskosität Vogel-Ossag 75°C | 19,4 cp |
| " " 100°C | 8,2 " |
| Paraffingehalt | 34,5% |
| Schmelzpunkt Paraffin | 57,5°C |

Dieses Bitumen ist also wohl äusserst paraffinös!

Es stellte sich heraus, dass durch Blasen aus diesem javanischen Rohstoff kein geeignetes Asphaltbitumen bereitet werden konnte. Das Blaseprodukt enthielt nämlich, trotzdem die Blasetemperatur nicht über 250°C lag, viel Kohlenstoff. Wiederholung des Blaseversuches ergab das gleiche Resultat. Dieses Muster wurde daher nicht weiter geprüft.

Mit den verfertigten paraffinösen Bitumina wurden Asphaltmörtelmischungen zusammengesetzt, deren Widerstand gegen plastische Deformation mit Hilfe der Zellenprobe bei verschiedenen Temperaturen bestimmt wurde:

Zahlentafel.

Wert der Viskosität der Masse η_m ($\times 10^{-9}$ oge) bei + 50°C für mit stark paraffinhaltigen Bitumina hergestellte Asphaltmörtel- bzw. Grobasphaltbetonmischungen 1).

| Bindemittel Rohstoff | Paraffin-gehalt | Asphalt-mörtel | Grobasphaltbeton |
|----------------------|-----------------|----------------|------------------|
| Sumatra | 26,7 | 8,9 | 14,7 |
| " | 10,7 | 9,2 | 15,2 |
| Goblasenes Sumatra | 19,5 | 8,5 | 14,0 |
| Java | 34,5 | 8,3 | 13,7 |

Zur Vergleichung der Viskositätswerte fügen wir hinzu, dass wir auf Grund von Wetzversuchen annehmen, dass bei + 50°C der Wert der Viskosität der Masse wenigstens 20×10^9 oge betragen muss. Bitumina mit einem derartig hohen Paraffingehalt kommen also nicht für Strassenbauzwecke in Betracht.

Aus den Versuchsergebnissen geht hervor, dass der Viskositätswert der Masse bei höheren Temperaturen sehr niedrig ist, so dass eine mit diesen Bindemitteln zusammengestellte Strassendecke bei der Höchsttemperatur (+ 50°C für West Europa) nicht instande ist der Knetwirkung des Verkehrs Widerstand zu leisten.

GEPLANTE WEITERE UNTERSUCHUNG:

Wir werden Mischungen bereiten mit verschiedenen, geringen Mengen Paraffin und verschiedenartigen Bitumina, um auf diese Weise die Grenze der zulässigen Paraffinmenge angeben zu können.

II-B-18.

HERSTELLUNG VON GASÖLEN AUS SCHWEFELREICHEN PARAFFINISCHEN ROHÖLEN DURCH DRUCKHYDRIERUNG.

Über diesen Gegenstand wird kein Bericht erstattet, da keine experimentelle Arbeit ausgeführt worden ist.

II-B-19.

ANLAGERUNG VON METHAN AN ERDÖLRÜCKSTÄNDE ZUR HERSTELLUNG DÜNNFLÜSSIGER PRODUKTE MIT HÖHEREM WASSERSTOFFGEHALT.

Über diesen Gegenstand wird kein Bericht erstattet, 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 den vorigen Monatsberichten haben wir schon über die Bildung lackartiger Produkte gesprochen. Lack ist ein typisches Produkt, das sich chemisch von anderen Verschmutzungsprodukten wie Oxydationsschlamm und Russ sehr gut unterscheiden lässt. Es war nun wichtig nachzuprüfen, ob dieser Lack, der sich in Dieselmotor aus Gasöl bildet, gleichfalls aus mehr oder weniger flüchtigen Brennstoffen entstehen kann. Dazu wurden in Delft für uns Versuche in Dieselmotoren mit verschiedenen Ölfraktionen als Brennstoff angestellt.

Es stellte sich heraus, dass bei Verwendung von Schmieröl als Brennstoff gleichfalls Lack entsteht. Auch bei Verwendung von Kerosin als Brennstoff bildet sich Lack; dieser enthält alle normalen Bestandteile in die man einen Lack spalten kann. Die Menge Lack ist bei Kerosin jedoch geringer als bei Schmieröl. Noch geringer ist sie bei Verwendung von Benzin. In diesem Fall war die Lackmenge so gering, dass wir daran zweifelten ob der Lack von Benzin herrühre. Dies wurde dadurch kontrolliert, dass man einige Versuche ohne Brennstoff ausführte (der Motor wurde von aussen, also als Kompressor, getrieben, wobei er durch die Kompressionsarbeit doch auch genügend warm wurde). Man fand wiederum weniger Lack als bei Verwendung von Benzin als Brennstoff; hieraus lässt sich schliessen, dass das Benzin tatsächlich lackartige Produkte bildet, sei es in sehr geringer Menge.

Weiter zeigte es sich, dass das lackartige Produkt der Versuche mit Benzin chemisch ziemlich stark von aus den anderen Produkten und aus Gasöl entstandenen normalen Lack abwich. Der Sauerstoffgehalt war für einige Fraktionen höher, auch war die Löslichkeit in verschiedenen Lösungsmitteln grösser.

Die allgemeine Schlussfolgerung ist, das Gasöl, Schmieröl und auch Kerosin übereinstimmende lackartige Produkte bilden, doch dass Benzin ein abweichendes unvollständiges Verbrennungsprodukt ergibt.

E. C. 2.

OXYDATIONSBESTÄNDIGKEIT VON SCHMIERÖLEN IM
ZUSAMMENHANG MIT DER KONSTITUTION DES
AUSGANGSSTOFFES.

a) Studium der Kinetik des Oxydationsprozesses:

Bestimmung der Löslichkeitsgeschwindigkeit von Sauerstoff
in Mineralöl.

In Anschluss an die in Märzbericht erwähnten Untersuchungen bestimmten wir die Löslichkeit von Sauerstoff in venezolanischem Raffinat. Diese stimmt bei 100° mit der von Stickstoff überein, ist jedoch bei 125° um 30% und bei 150° sogar um 100% höher.

Ob dies durch einen Reaktionsbeginn in der Grenzfläche verursacht wird wollen wir zunächst ausser Betracht lassen. Wir beabsichtigen an Hand der jetzt bekannten Löslichkeitgeschwindigkeit die Reaktionsgeschwindigkeit in Öl zu berechnen.

b) Ausarbeiten einer Analysenmethode für Schmieröl-"Harze".

Unsere Versuche um zu einer guten Adsorptionsanalyse für die noch löslichen Oxydationsprodukte zu gelangen, werden noch fortgesetzt.

Wir stellten fest, dass der Laugeverbrauch bei Verseifung der Harzfraktionen oft grösser ist als bei Verseifung des Ausgangsöles.

Während der Analyse sind offenbar mehr laugeverbrauchende Stoffe in die Harzfraktion geraten als ursprünglich darin anwesend waren. Als Ursachen hiervon wurden festgestellt:

1. nicht ganz reine Lösungsmittel;
2. Abänderung der Harze während der Trocknung bei 110°;
3. der Einfluss des Adsorptionsmittels, das erfahrungsgemäss den Benzol-Alkoholgemisch immer eine kleine Verseifungszahl gibt.

Die erstgenannte Beschwerde kann beseitigt werden indem wir speziell gereinigte Lösungsmittel benutzen. Der zweiten wäre vielleicht durch Trocknung bei niedrigerer Temperatur und im Vakuum entgegenzukommen.

Wir werden dies näher untersuchen.

II-C-3.

ERSTSPRÜZUNG DER AN KONISTENTE FETTE
ZU STEHENDEN ANFORDERUNGEN UND ENTWICKLUNG
GEEIGNETER PRÜFMETHODEN.

UNTERSUCHUNGSTHEMA:

Feststellung des Einflusses von Ölviskosität und Seifengehalt auf die Tragfähigkeit des Schmierfilms.

Dazu waren eine Anzahl verschiedene Fette gekocht, die nunmehr auf der neugebauten Gleitlagerversuchsanlage zu erproben waren.

ZUSAMMENFASSUNG DER UNTERSUCHUNG:

Der Gleitlagerapparat wurde fertiggestellt. Es waren die Keilriemenscheiben zwecks Materialersparnis aus Buchenholz hergestellt. Die Scheiben waren aber bereits dermassen gezogen, dass bei den auftretenden Tourenzahlen Unglücksfälle nicht ausgeschlossen geachtet werden mussten.

Die Scheiben werden jetzt gegen Metallscheiben ausgetauscht.

II-C-4.

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

1. UNTERSUCHUNGSTHEMA:

Abnutzungsversuche in Vierkugelapparat bei hohen Gleitgeschwindigkeiten unter Ausschaltung von Luftsauerstoff.

Die Abnutzungsversuche mit dem Vierkugelapparat wurden fortgesetzt. Einige orientierende Versuche mit einer Belastung von 18 kg (spezifischer Anfangsdruck etwa 17 Tonnen/cm²) wiesen nach, dass in der Stickstoffatmosphäre eine etwas geringere Abnutzung stattfindet als in Luft. Wegen des hohen Druckes und der grösseren Gleitgeschwindigkeit war die Abnutzung jedoch in beiden Fällen hauptsächlich Fressen (viel Metallschliff, wenig Eisenoxyd).

Diese Versuche bezwecken jedoch zu möglichst niedrigen spezifischen Drucken und möglichst hohen Gleitgeschwindigkeiten (d.h. zu Drucken und Geschwindigkeiten, die in der Praxis vorkommen) zu gelangen. Zur Erzielung dieses niedrigen spezifischen Druckes wurden ebenso wie bei den Versuchen mit dem Vierkugel Kreisel die Kugeln einer vorherigen Abnutzung unterworfen. Bei dieser vorherigen Abnutzung wurde versucht einen Abnutzungsdurchmesser von etwa 2 mm zu erreichen, so dass man mit 1 kg Gesamtbelastung zu einem spezifischen Druck von etwa 10 kg per cm² kommt. Die "Vorabnutzung" ergab trocken ein besseres Resultat als mit Öl.

Einige Versuche mit vorher abgenutzten Kugeln wiesen auf, dass bei einem spezifischen Druck von 10 kg/cm² und einer Gleitgeschwindigkeit von 1 M/Sek. die Abnutzung ohne Schmierung nahezu ausschliesslich Fressabnutzung ist (Abnutzungsschliff nahezu ausschliesslich Metallteilchen). Die Reproduzierbarkeit liess denn auch zu wünschen übrig.

2. UNTERSUCHUNGSTHEMA:

Abnutzungsversuche im Deutz Motor mit Brennstoffen mit verschiedenen Schwefelgehalt.

Aus den im vorigen Monatsbericht beschriebenen Versuchen ergab sich, dass der Schwefelgehalt des Brennstoffs keinen Einfluss auf die Abnutzung der Kolbenringe bei Startversuchen hatte. Das gleiche Ergebnis wurde nun bei einer Anzahl achtstündiger Versuche gefunden. Weiter ist bekannt, dass der S-Gehalt des Brennstoffs bei Dieselmotoren wohl Einfluss auf die Abnutzung hat. Wir haben uns gefragt, ob diese Differenz vielleicht darauf zurückzuführen sei, dass der S in den Auspuffgasen des Benzinmotors möglicherweise hauptsächlich als SO₂ und in den Dieselmotor als SO₃ vorkomme. Zur Beantwortung dieser Frage werden wir den SO₂- und den SO₃-Gehalt der Auspuffgase eines Benzin- und eines Dieselmotors untersuchen.

3. UNTERSUCHUNGSTHEMA:

Alterungsversuche mit dem Mollinger Apparat.

Ein Teil der bei den Alterungsversuchen mit dem Mollinger Apparat erhaltenen Ölproben ist nunmehr analysiert. Bei diesen Versuchen sind wir von einem oxydationsstabilen und von einem sehr instabilen Öl ausgegangen. Erst nachdem alle Analysen fertig sind, können wir ein Urteil über diese Alterungsmethode abgeben.

II-C-5.

UNTERSUCHUNG MECHANISCHER EIGENSCHAFTEN VON STRASSENBAUMISCHUNGEN.

Die Komprimierung von bituminösen Strassendeckmassen erfolgt in der Regel mit Hilfe von Walzen, die, indem sie über die Strassendecke rollen, diese zusammenpressen. Die Art und Weise, in der diese Verdichtung fortschreitet, und die Gesetzmässigkeiten, welche diese Komprimierungsweise beherrschen, sind jedoch unbekannt.

In Anbetracht der grossen Bedeutung, die auf Grund der in Strassenbau gemachten Erfahrungen einer guten Komprimierung der Strassendecke beizulegen ist, wurde eine Untersuchung nach den beim Walzen auftretenden Erscheinungen angestellt.

Auf Grund vorläufiger an Asphaltmörteln vorgenommener Versuche konnte geschlossen werden, dass der Verlauf der Verdichtung in hohem Masse mit der Viskosität der Masse der

Mischung zusammenhängt, deren Wert bei der Walztemperatur durch Extrapolation aus denen der Zellenproben berechnet werden kann.

Daneben haben verschiedene Eigenschaften der Walze einen grossen Einfluss auf das Verdichtungsverfahren. Wir nennen z.B.: Walzdruck (Druck pro cm Walzbreite), Walzendurchmesser, Fahrgeschwindigkeit der Walze. Weiter wird das Ergebnis vermutlich beeinflusst durch den Wert des Anfangswiderstandes der Mischung und durch die Stärke der komprimierten Schicht, indem die Anzahl Walzgänge bestimmt auch einen wichtigen Faktor bildet.

Durch systematische Variation wird versucht den Einfluss jeder dieser Variablen auf das Walzverfahren quantitativ auszudrücken, was für die Viskosität der Masse, den Walzdruck und die Anzahl Walzgänge bereits erreicht wurde, indem über die anderen Grössen schon wichtige Hinweise erhalten wurden.

Es ist erwünscht diese Untersuchung mit Mischungen verschiedener Zusammensetzung auszuführen. Neben den Versuchen mit Asphaltmörtelmischungen beantragen wir Versuche mit feinen und groben Asphaltbeton.

II-C-6.

RHEOLOGIE VON BITUMEN UND UNTERSUCHUNG NACH DER WASSERDURCHLÄSSIGKEIT.

An diesem Gegenstand wurde in der Berichtsperiode nicht gearbeitet.

II-C-7.

ASPHALTBITUMENANWENDUNGEN IN DER INDUSTRIE UND IM BAUWERBE.

UNTERSUCHUNGSTHEMA:

Porenfreie, säurefeste Bitumenauskleidung für Beton und Eisen.

Es hat sich herausgestellt, dass nicht so sehr der Anspruch der Säurefestigkeit der bituminösen Auskleidung an sich (siehe vorigen Monatsbericht) als vielmehr die Anforderung der Porenfreiheit zu Schwierigkeiten führt. Frühere Versuche hatten bereits nachgewiesen, dass es notwendig ist alle scharfen Übergänge von Flächen gut abzurunden ehe die Bitumenauskleidung angebracht wird, da sonst von diesen scharfen Übergängen aus Risse auftreten.

Auch die Anbringungsweise hat jedoch vermutlich einen grossen Einfluss auf das Ergebnis.

ZUSAMMENFASSUNG DER UNTERSUCHUNG:

Mischungen aus Asphaltbitumen und einem säurefesten Füllstoff wurden auf verschiedene Weisen in einem alten Eisentank und einem Betontank angebracht. Diese sind jetzt mit 15%iger Schwefelsäure gefüllt und werden ständig auf 60° gehalten. Zu bestimmten Zeiten wird der Zustand von Wand und Auskleidung inspektiert werden zur Feststellung welches Verfahren die beste Garantie für bleibende Porenfreiheit gibt.

II-C-8.

VERBESSERUNG DER RHEOLOGISCHEN EIGENSCHAFTEN
VON BITUMEN DURCH ZUSATZ HOCHMOLEKULARER STOFFE.

Die zum Durcheinanderkneten von Bitumen und Kunstharz benötigte Mischwalze kam in der Berichtsperiode fertig, wies jedoch noch einige Unvollkommenheiten auf, die nun beseitigt werden.

II-C-9.

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

1. UNTERSUCHUNGSTHEMA:

Feststellung der Faktoren, welche die Stabilität der Flamme bestimmen.

In der Praxis stellte sich als grösste Schwierigkeit bei der Anwendung der Butagasflamme heraus, dass sie eine viel kleinere Stabilität hat als die Leuchtgasflamme; sie schlägt schneller ein oder bläst eher ab, was eine ungenügende Regulierbarkeit der Kocher für den Hausbedarf mit sich bringt.

Obwohl wir diese Frage durch Ausprobieren in der Praxis nahezu gelöst haben (wobei grosse Verbesserungen in der Konstruktion der Butagaskocher erreicht wurden), halten wir ein Studium der theoretischen Seite der Frage der Flammenstabilität und Flammenregulierbarkeit für sehr wertvoll. Dabei stossen wir, wie bereits berichtet, auf eine nahezu vollkommene Abwesenheit der notwendigsten Grunddaten betr. die Flamme, die wir also selbst messen und interpretieren müssen.

ZUSAMMENFASSUNG DER UNTERSUCHUNG:

Die Messmethodik - wozu wir neben der direkten Beobachtung besonders die Schlierenmethode einführten - ist jetzt ganz ausgearbeitet.

In vergangenen Monat wurde eine grosse Anzahl Messungen angestellt um empirisch zu prüfen welche der theoretisch möglichen Hypothesen betr. die Druckverhältnisse in der Flamme die richtige ist. Obwohl diese Messungen noch nicht beendet sind, kann eine Hypothese doch schon als mit grosser Wahrscheinlichkeit richtig bezeichnet werden, nämlich diejenige, wobei der Drucksprung in der Verbrennungszone über die ganze primäre Verbrennungsfläche konstant ist. Bei diesen Messungen wird gleichzeitig überprüft innerhalb welchen Grenzen die Flamme stabil ist.

GEPLANTE UNTERSUCHUNG:

Fortsetzung der Messungen zur Erprobung unserer theoretischen Ansätze. Berichterstattung der bisher erzielten Resultate.

2. UNTERSUCHUNGSTHEMA:

Praktische Arbeiten betreffend die Konstruktion von Brennern und Hilfsapparaten.

In den letzten Jahren wurde viel Arbeit geleistet an der Verbesserung der unterschiedlichen Butagas- und Propagasapparate auf empirischen Wege. Dabei wurde der Nutzeffektsteigerung des gewöhnlichen Kochers für den Hausbedarf, der konstruktiven Verbesserung, c.q. der Vereinfachung von Druckreglern, Absperrventile, usw., usw. besonderes Interesse entgegengebracht.

ZUSAMMENFASSUNG DER UNTERSUCHUNG:

Das Studium der Nutzeffektsteigerung ist nahezu beendet. Es ist uns gelungen mittels einer verbesserten Konstruktion eine Erhöhung von etwa 20% in bezug auf den bestehenden Nutzeffekt zu erreichen, die sich auch auf Leuchtgaskocher bezieht. Dieses wichtige Ergebnis ist einer abgeänderten Flammenverteilung und einer abgeänderten Konstruktion der Topfträger zu verdanken. Es sind jedoch noch einige letzte Versuche und Messungen anzustellen bevor Kommerzialisierung in Frage kommt.

Unsere Untersuchungen betreffend den Volksbadeofen führten zu der Schlussfolgerung, dass kein billigerer Durchlaufapparat entworfen werden kann als der bereits im Handel befindliche.

Die praktische Erprobung des billigen Back- und Bratofens ist noch im Gange; der vorläufige Eindruck ist ein sehr günstiger.

GEPLANTE WEITERE UNTERSUCHUNG:

Abschluss der Arbeit betreffend Nutzeffektsteigerung von Kochern; Umbau eines von "Proefstation Delft" entworfenen Vorratsbadeofens für Kercsin oder Butagas; Berichterstattung über die in den vorigen Monaten fertiggekommenen Apparaturentwürfe.

II-D FREITUNG VON CHEMISCH-
INDUSTRIELLEN ERZEUGNISSEN
AUF PETROLEUMGRUNDLAGE.

=====

II-D-1.

NEUF CHEMISCHE VERBINDUNGEN DURCH
OXYDATION VON OLEFINEN AUS DER GASÖLSTRECKE.

UNTERSUCHUNGSTHEMA:

Identifizierung der bei der katalytischen Oxydation von Ceten mit Luft erhaltenen Produkte.

ZUSAMMENFASSUNG DER UNTERSUCHUNG:

Mit der Methode von Leys gelang es die Schwierigkeiten bei der Trennung der Seifen und des unverseifbaren Teiles der Oxydationsmischung zu überwinden. Bei dieser Methode wird die Verseifung in Gegenwart von Benzol ausgeführt, während die Trennung, nach Ablauf der Reaktion, durch Verdünnung mit Wasser stattfindet. Die mit dieser Methode getrennten Säuren wurden darauf durch fraktionierte Verseifung in fünf Fraktionen getrennt; von jeder Fraktion wurde eine Anzahl Konstanten bestimmt. Es stellte sich dabei heraus, dass die gebildeten Oxysäuren besonders in den zwei erstgenannten vorkommen, also zu den stärksten Säuren gehören, während die Ketosäuren gerade in der letzten Fraktion angehäuft sind. Gleichzeitig ergab sich, dass die Menge Ketosäuren bei fortschreitender Oxydation zunimmt, wahrscheinlich auf Kosten der Oxysäuren. Auf Grund der Eigenschaften und des allgemeinen Bildes des Oxydationsverlaufs dürfen wir annehmen, dass die Ketogruppe am Kohlenstoffatom 3 vom Cetenmolekül entstanden ist. Das nächste Ziel der Untersuchung ist weitere Konzentrierung der Ketosäuren mit Hilfe des Girard-Reagens, und, wenn möglich, völlige Identifizierung dieser Säuren.

Zu dem schon in unsrem vorigen Bericht erwähnten Stoff mit einem Schmelzpunkt von $97,5^{\circ}$, der aus dem unverseifbaren Teil isoliert wurde, gehörte, wie sich bei Analyse herausstellte, die Formel $C_{31}H_{64}O_3$. Vermutlich ist der Stoff ein Oxyäther, der aus zwei Molekülen oxydierten Cetens gebildet ist. Es ergab sich, dass auch im unverseifbaren Teil Ketoverbindungen anwesend waren; diese werden gleichfalls mit dem Girard-Reagens konzentriert, wonach die Bestimmung ihrer Zusammensetzung folgen wird.

II-D-2.

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

UNTERSUCHUNGSTHEMA:

Ersetzung des Osmiumkatalysators durch einen Katalysator auf Wolfram- oder Molybdänbasis.

ZUSAMMENFASSUNG DER UNTERSUCHUNG:

Die im vorigen Monatsbericht beschriebenen Versuche, zu noch unbekanntem neutralen Oxyden von Wolfram und Molybdän zu gelangen, hatten keinen Erfolg. Es wurde versucht, diese Oxyden mit Hilfe von Dicyklohexylkarbodiimid zu bereiten, einem Stoff der imstande ist, auch in wässriger Lösung viele Säuren zu anhydrieren. Nachdem es sich gezeigt hatte, dass das Karbodiimid sogar Wasserstoffperoxyd nicht zerlegte, wurde ein Gemisch von Karbodiimid und Wo- oder Mo-Salzen einer Mischung von Wasserstoffperoxyd und Allylchlorid zugesetzt.

Eine heftige Reaktion fand statt unter starker Sauerstoffentwicklung, jedoch eine Hydroxylierung des Allylchlorids konnte nicht beobachtet werden. Da das Karbodiimid in Form des übereinstimmenden Ureunderivates wiedergefunden wurde, musste geschlossen werden, dass sich keine neutralen, sondern stark sauren Oxyde der Metalle gebildet haben.

Nachdem es sich nun herausgestellt hat, dass auch Komplexe verschiedener Metalle mit dem Reaktionsprodukt von Äthylendiamin und Salicylaldehyd nicht imstande sind die erwünschte Reaktion hervorzubringen, wird versucht Phenylwolframsäure als $(C_6H_5Wo)_2O \cdot H_2O$ aus einer Grignardlösung und Wolframphenolat herzustellen. Hier wird von der Voraussetzung ausgegangen, dass die Perphenylwolframsäure, die mit Wasserstoffperoxyd entstehen wird, in Allylchlorid löslich sein wird.

Weiter wurde versucht die katalytische Oxydation mit Vanadiummolybdän und Wolframverbindungen durch Gegenwart von Jodobenzol ($C_6H_5JO_2$) zu fördern; es ergab sich jedoch, dass dies die Hydroxylierung nicht förderte.

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 obengenanntem Gegenstand in der Berichtsperiode nicht gearbeitet.

II-D-4.

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

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

II-D-5.

UNTERSUCHUNGEN NACH DER QUALITÄTSVER-
BESSERUNG VON ESTERSALZEN AUS ERDÖLOLEFINEN
UND DEREN VERWENDUNG ALS FETTFREIES SEIFEN-
AUSTAUSCHPRODUKT.

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

II-E. ANWENDUNG VON ÖLPRO-
DUKTEN ZUR BEREITUNG
VON PFLANZENSCHUTZ-
MITTELN.

=====

II-E-1. WEITERE ENTWICKLUNG VON INSEKTICIDEN FÜR
SOMMERBESPRITZUNG.

Unter II-E-1 haben wir bisher insbesondere die Entwicklung von Oviciden für Winterbespritzung behandelt. Da diese Arbeit in den Sommermonaten grösstenteils stillliegt, wollen wir hier die Berichterstattung über einen analogen Gegenstand, nämlich die praktische Entwicklung von Sommerinsekticiden, einfügen.

UNTERSUCHUNGSTHEMA:

Untersuchung nach neuen organischen Insekticiden zur Ersetzung von Nikotin.

Schon seit einiger Zeit suchen wir nach einem organisch-chemischen Insekticide zur Ersetzung von Nikotin, Derris, usw. Bei früheren Versuchen hatte es sich gezeigt, dass α -Chlornaphthalin eine gute Insekticidewirkung besass. In einer Konzentration von 0,15 bis 0,2% tötete dieser Stoff Blattläuse vollständig ab. An erster Stelle wurde nun versucht auf dieser Basis einen noch wirksameren Stoff zu erfinden. Daneben wird ein ausge dehntes Literaturstudium gemacht, in der Hoffnung einige allgemeinen Richtlinien für die Synthese stark giftiger Schädlingsbekämpfungsmittel zu finden.

ZUSAMMENFASSUNG DER UNTERSUCHUNG:

Es wurden Versuche auf Blattläusen mit Hilfe des Normalspritzapparates angestellt mit den folgenden Stoffen:

| | |
|--|---------------|
| α Chlornaphthalin | 0,5% |
| Chlor-tetralinmischung | 0,5% |
| Chlormethylnaphthalin | 0,5% |
| Chlormethyltetralin | 0,5% |
| Nikotin (zum Vergleich) | 0,1% |
| | (Praxiskonz.) |
| Emulgator, in der Konzentration, wie in obenstehenden Präparaten angewendet. | |

Die durchschnittliche Ergebnisse in der ersten Versuchsserie waren:

| | | |
|--------------------------|-----|--------|
| Blindversuch | 10% | Tötung |
| α Chlornaphthalin | 45% | " |
| Chlortetralin | 54% | " |
| Chlormethylnapht. | 86% | " |
| Chlormethyltetralin | 62% | " |
| Nikotin | 70% | " |
| Emulgator | 30% | " |

In dieser Serie ergibt also das Chlornaphtalin die besten Resultate; diesen Stoff werden wir denn auch unsere weitere Aufmerksamkeit widmen.

Merkwürdig ist jedoch weiter die geringe Abtötung mit α Chlornaphtalin, das in der vorigen Saison doch viel bessere Resultate ergeben hat.

Jetzt wurde ein anderes Muster dieses Produktes sowie ein anderer Emulgator verwendet.

GEPLANTE UNTERSUCHUNG:

An erster Stelle wird jetzt untersucht werden ob das (noch anwesende) Muster des vorigen Jahres, andere Resultate ergibt, oder ob der Emulgator die Ergebnisse beeinflusst. Auch der Einfluss verschiedener p_H 's wird nachgeprüft werden.

II-E-2.

FESTSTELLUNG DER INSEKTIZIDEN-, PHYTO- ZIDEN- UND FUNGIZIDENWIRKUNG VON PFLANZENSCHUTZMITTELN.

UNTERSUCHUNGSTHEMA:

Tagesvariationen bei der Bestimmung der oviziden Wirkung von Winterspritzmitteln.

Wie schon früher beschrieben, ist in den vorigen Jahren eine Normalmethode mit Mehlmotteiern für die Untersuchung von Winterspritzmitteln auf ovizide Wirkung entwickelt worden.

Bei der Untersuchung nach der toxischen Wirkung von Oviziden mit Hilfe unserer Normalmethode hat es sich inzwischen herausgestellt dass bei Bespritzungen an verschiedenen Tagen die abtötende Wirkung einer Dinitro-o-kresollösung grosse Unterschiede zeigte. Wegen der Wichtigkeit einer unzweideutigen Ausführung der Normalmethode wurde näher untersucht, welcher Ursache diese Unterschiede zuzuschreiben waren.

ZUSAMMENFASSUNG DER UNTERSUCHUNG:

Nachdem schon verschiedene Faktoren, welche hierauf einen Einfluss haben könnten, nachgeprüft worden waren, wurde schliesslich festgestellt, dass die Feuchtigkeit bei der die Eier vor der Behandlung mit toxischen Stoffen aufbewahrt werden, für den toxischen Effekt von grosser Wichtigkeit ist.

Eine 0,01%-ige Dinitro-o-kresollösung mit $p_H = 3,8$ ergab z.B. eine Abtötung von etwa 80% von Eiern, welche vor der Behandlung bei einer relativen Luftfeuchtigkeit von 30% aufbewahrt worden waren, während bei einer Luftfeuchtigkeit von 75% nur eine 30%-ige Abtötung erreicht wurde.

GEPLANTE UNTERSUCHUNG:

Weitere Untersuchungen sollen noch lehren ob die beobachteten Tagesunterschiede sich ausschliesslich hierdurch erklären lassen oder ob noch andere Faktoren hier einen Einfluss ausüben.

II-E-3.

PRAKTISCHE PRÜFUNG UND KONTROLLE VON
PFLANZENSCHUTZMITTELN.

UNTERSUCHUNGSTHEMA:

Resultate unserer Winterspritzmittel in der Praxis.

ZUSAMMENFASSUNG DER UNTERSUCHUNG:

Die Ergebnisse der in März ausgeführten Spritzungen mit Winterbekämpfungsmitteln wurden nachgeprüft durch:

1. Kontrolle des Blattlausbefalls.

Die Blattläuse wurden auf einer Anzahl Knospen jedes Baumes zweimal vor der Blüte gezählt; die in Versuchsgarten des Amsterdamer Laboratoriums ausgeführte Spritzung wurde ausserdem jede Woche kontrolliert um eine Übersicht des Verlaufs des Blattlausbefalls zu erhalten.

Es zeigte sich, dass alle von uns auf den Markt gebrachten Mittel die Laus entscheidend bekämpften.

2. Kontrolle des Spinnmilbenbefalls.

Bei Abzählung der Spinnmilben auf den Blättern während längerer Zeit zeigte sich, dass unsere Mineralölemulsionen anfänglich sehr gute Resultate ergaben, dass jedoch mit dem Fortschreiten der Saison die Menge Spinnmilben auf den bespritzten Bäumen, der auf den unbehandelten Bäumen immer näher kam.

SCHLUSSEFOLGERUNG:

Die Wirkung der Ölemulsion ist offenbar nur eine Hemmung für das Auskommen der Larven und keine Abtötung derselben.

3. Kontrolle des von anderen Insekten verursachten Schadens.

Auch der von Apfelblütenstecher, Frostspanner und Knospenwickler und von den Zikaden und Wanzen verursachte Schaden wurde kontrolliert. Der Frass der verschiedenen Raupen war durch den Effekt unserer Mittel vermindert; die Bekämpfung der Apfelblütenstecher war jedoch weniger befriedigend.

1. Kontrolle des direkten Einflusses der Spritzmittel auf die Bäume.

Nur eine sehr leichte Verbrennung der äussersten Blattpunkte wurde beobachtet, welche bei den Mineralölemulsionen etwas stärker als beim "Shell Nitroleum" (Dinitro-ortho-kresol) war.

GEPLANTE UNTERSUCHUNG:

In den kommenden Monaten wird der weitere Verlauf des Befalls nachgeprüft werden. Auch der Einfluss der Spritzung auf die Ernte wird durch eine Ernteanalyse festgestellt werden.

Es wird auch eine Versuchsspritzung mit der Sommerölemulsion "Shell ZE-60" und "Schwefelkalkbrühe" ausgeführt werden, um den Effekt dieser beiden Sommerbekämpfungsmittel gegen Spinnmilben vergleichen zu können.

II-E-4.

STUDIUM DER AN MINERALÖLEN UND ÖLEMULSIONEN
ZU STELLENDEN ANSPRÜCHE FÜR ANWENDUNG IN
PFLANZENSCHUTZMITTELN.

1. UNTERSUCHUNGSTHEMA:

Einfluss des Raffinagesgrades auf die Phytozidität von Sommerölen.

Wie im vorigen Monatsbericht erwähnt werden Raffinate paraffinöser venezolanischer und rumänischer Öle mit in die Untersuchung über den Einfluss des Raffinagesgrades eines Öles auf die Phytozidität von damit bereiteten Ölemulsionen hineingezogen werden.

Mit der Anfertigung dieser Ölemulsionen muss jedoch gewartet werden bis man mit der Raffinierung der Öle fertig gekommen ist.

2. NEUES UNTERSUCHUNGSTHEMA:

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

ERLÄUTERUNG:

Über den Zusammenhang zwischen der toxischen Wirkung und den physikalischen Eigenschaften von Ölemulsionen ist nur wenig bekannt. Ohne Zweifel wird die Toxizität von der auf den bespritzten Gegenstand gebrachte Ölmenge abhängig sein. Daneben kann die Abscheidungsart des Öles einen wichtigen Faktor für die biozide Wirkung bilden. Es ist hier eine wichtige Frage, ob die toxische Wirkung stark von der sich spontan beim Bespritzen

zusetzenden Ölmenge (Originalölabsetzung, engl. "original oil deposit") beeinflusst wird, oder aber dass die Wirkung nur von der nach Eintrocknen zurückbleibenden Gesamtölmenge abhängig ist.

ARBEITSPROGRAMM:

Zur Untersuchung dieser Probleme wird Emulsionen geprüft werden, wovon wir erwarten dass sie erhebliche Unterschiede in physikalischen Eigenschaften aufweisen werden.

Zu diesem Zweck werden wir an erster Stelle eine Reihe Emulsionen unter variierten Verhältnissen (Rührgeschwindigkeit, Emulgatormenge) herstellen; demzufolge werden Emulsionen verschiedener Teilchengrösse und Stabilität erhalten.

Als Prototyp dieser Reihe wird Shell Sommeremulsion ZE-60 gewählt, an der die Ölwirkung am besten studiert werden kann, da sich darin keine andere biozide Stoffe befinden.

Von diesen Emulsionen werden die Toxizität und verschiedene physikalische Eigenschaften geprüft werden; u. a. die Frequenzkurve, die die Grössenverteilung der anwesenden Ölteilchen gibt, aber vor allem auch die Ölabsetzung beim Verspritzen.

Dazu wird ein schon früher entwickelter Spritzapparat, mit dem Emulsionen in reproduzierbarer Weise verspritzt werden können, benutzt werden.

II-E-5.

BEREITUNG VON DINITROKRESOLHALTIGEN SUSPENSIONEN IN WASSER.

Wie bereits im vorigen Bericht erwähnt, wurde in der Pernis-Anlage, nach einem vom Laboratorium ausgearbeiteten Rezept, Shell Nitroleum hergestellt.

Die praktischen Ergebnisse sind noch nicht völlig bekannt; die bisher eingegangenen Berichte machen es jedoch wahrscheinlich, dass das Produkt sich ausgezeichnet bewährt hat.

Falls also keine weniger günstigen Nachrichten einlaufen, wird diesem Gegenstand keine Zeit mehr gewidmet werden.

Wohl haben wir die Absicht eine Analysemethode zu suchen, mit der es möglich sein wird während der Produktion des kommenden Jahres eine gute Betriebskontrolle auf den Dinitrokresolgehalt des Produktes auszuüben; eine von uns ausgearbeitete, sehr gute Analysemethode, die in diesem Jahr auch in Pernis angewendet worden ist, hat den Nachteil, dass ein Pulfrich Photometer verwendet werden muss, das in Pernis nicht zur Verfügung steht (dieses Jahr wurde dieses kostspielige Instrument von Dritten geliehen).

004516

- 52 -

II-E-6.

BEARBEITUNG KOLLOID-CHEMISCHER PROBLEME
FÜR DIE BEREITUNG UND VERWENDUNG VON
INSEKTIZIDENEMULSIONEN.

Untersuchung über die benetzende und eindringende Wirkung von
Spritzflüssigkeiten.

Wegen Zeitmangel (u.a. viele Untersuchungen für Dritte)
wurde in der Berichtsperiode an diesem Gegenstand nicht gear-
beitet.

II-E-7.

SCHUTZ VON FÄSSERN GEGEN SAURE
INSEKTIZIDENEMULSIONEN MITTELS SÄURE-
BESTÄNDIGER HARZE.

Wegen Erkrankung des Berichterstatters wird die Be-
richterstattung über diesen Gegenstand bis folgendes Mal aufge-
schoben.

II-F. V E R S C H I E D E N E S.
=====ANALYTISCHE UNTERSUCHUNGEN ZUR UNTERSTÜTZUNG
DER FORSCHUNGSARBEITEN; ENTWICKLUNG VON
LABORATORIUMAPPARATUR.1. Bau einer Aufstellung für spektrochemisch-analytische Unter-
suchung.

Da man an mehreren Stellen im Laboratorium Bedarf hatte an einer Aufstellung für spektrochemisch-analytische Untersuchungen, wurde hierzu von der physikalischen Abteilung eine Apparatur aufgebaut, welche als Lichtquelle einen unterbrochenen Lichtbogen mit Entzündung durch Tesla-Funke verwendet. Ein derartiger unterbrochener Lichtbogen hat nämlich für die spektrochemische Analyse grosse Vorteile was die Qualität der Spektren anbelangt, während ausserdem die Bedingungen seit der Entladung "in elektrischer Hinsicht" sehr gut reproduzierbar sind. Letzteres ist vor allen für die quantitative spektrochemische Analyse von grösster Wichtigkeit.

In der Berichtsperiode konnten ausserdem schon mehrere Versuche um die Eigenschaften dieses Bogens kennen zu lernen, ausgeführt, während in einigen Fällen in dieser Weise schon eine Antwort auf die gestellten analytischen Fragen gegeben werden konnte.

/werden

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 erschienenen "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 O L G E W I N N U N G A. G., W I E N.
 =====

UNTERSUCHUNG VON GESTEINPROBEN
 (KERNPROBEN) AUS TIEFBOHRUNGEN DER R.A.G.

Im vergangenen Monat wurde die mineralogische Untersuchung der Bohrung R.A.G.2 fortgesetzt. 86 Muster wurden untersucht, so dass das Profil nun bis 1380 m untersucht worden ist. Auf 990 m Tiefe wurde eine Zonegrenze gefunden. Der tiefere Teil enthält jedoch noch immer dieselbe Mineralassoziation.

Die Untersuchung wird fortgesetzt.

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. F O R S C H U N G S A R B E I T E N
 F Ü R D R I T T E N.
 =====

Pro memoria.

VII. BERATUNGEN FÜR DIE
AMSTERDAMER ANLAGEN, HAUPT-
STELLE 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. | 3 |
| 4. Herstellung von Bitumenemulsionen und Glaserkittersatz. | 3 |
| 5. Herstellung von Lösungsmitteln für Lacke und Firnisse. | 3 |
| 6. Herstellung von Sorbitol als Zwischenprodukt für die Produktion von Vitamin C. | 4 |
| 7. Herstellung von Reinglykol für Philips, Eindhoven. | 4 |
| 8. Herstellung von Seifenaustauschstoffen. | 4 |
| 9. Herstellung eines Ersatzes für Syrischen Asphalt. | 5 |
| <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. | 6 |
| 2. Untersuchungen von Bohrkernen aus den Bohrungen im Osten der Niederlanden. | 8 |
| 3. Sediment-petrographische Forschung. | 9 |
| 4. Bestimmung der Ausbeute an gewinnbaren Ölen aus ölführenden Schichten. | 10 |
| 5. Verbesserung der Ölausbeute ölführender Schichten durch Verdrängung restlichen Öles durch Wasser. | 13 |
| 6. Das Auffinden eines Ersatzmittels für Zement zum Abdichten des Bodens von Bohrlochern. | 14 |
| 7. Verbesserung von Dickspülung und Untersuchung von Ton auf die Verwendungsmöglichkeit für Dickspülung. | 14 |

| | |
|---|----|
| 8. Theoretische Untersuchung nach der Viskositäts- und Thixotropieerniedrigende Wirkung von Chemikalien auf Dickspülung. | 15 |
| B. UNTERSUCHUNGEN AUF DEM GEBIETE DER ÖLRAFFINAGE UND VERARBEITUNG VON ROHÖL UND DESSEN PRODUKTEN. | |
| 1. Herstellung hochwertiger Schmieröle durch Extraktion von Rückstandölen mit Antimontrichlorid. | 16 |
| 2. Qualitäts- und Ausbeutesteigerung von hochwertigen Schmierölen durch Perkolatlon über selektiven Adsorptionsmitteln. | 19 |
| 3. Verbesserung von Extraktionsverfahren. | 19 |
| 4. Konstitutionsermittlung von Mineralölen durch Spektralanalyse (Raman- und Ultraviolett-spektra). | 19 |
| 5. Messung von Gas-Flüssigkeitsgleichgewichten zur Berechnung von Fraktionieranlagen; das Sammeln von Daten zur Erhaltung eines Eindrucks über das Verkommen und den Transport von Gas und Öl in tiefliegenden Olschichten. | 20 |
| 6. Studium zur Herstellung hochwertiger Schmierfette unter Berücksichtigung des Einflusses der Komponenten und der Arbeitsbedingungen. | 20 |
| 7. Entwickeln von Analysenmethoden für Kohlenwasserstoffgemische aus dem Schmierölgebiete: Gruppenanalyse und Strukturanalyse zur Aufklärung der chemischen Konstitution von Schmierölen. | 21 |
| 8. Vorhersagung über Spalteignung von Mineralölen auf Grund gewisser physikalischer Konstanten. | 23 |
| 9. Verbesserung von physikalischen Trennungsmethoden für Kohlenwasserstoffe aus dem Benzingegebiete. | 23 |
| 10. Erhöhung des Klopfwertes von Kraftstoffen durch Isomerisation und Dehydrierung. | 25 |
| 11. Berechnung der Grundlagen für die Übertragungen chemischer Reaktionen, insbesondere katalytischer Reaktionen, von Laboratorium in die Praxis. | 27 |

Seite:

| | |
|---|----|
| 12. Physikalisch-chemische Untersuchungen über Katalyse und Katalysatoren. | 28 |
| 13. Aufbaureaktionen durch photochemische endständige Anlagerung von Halogenwasserstoff an Olefinen. | 30 |
| 14. Grundlegende Untersuchungen auf dem Gebiet induzierter Kettenreaktionen zur Bereitung hochwertiger Benzine, Schmieröle oder chemisch-industrieller Erzeugnisse. | 31 |
| 15. Untersuchung nach der korrosiven Wirkung von Erdölnaphtensäuren auf Metalle. | 32 |
| 16. Gasanalyse durch Adsorption. | 33 |
| 17. Bereitung von Strassenbaubitumina aus Spaltrückstand und aus paraffinhaltigen Bitumina. | 34 |
| 18. Herstellung von Gasölen aus schwefelreichen paraffinischen Rohölen durch Druckhydrierung. | 36 |
| 19. Anlagerung von Methan an Erdölrückstände zur Herstellung dünnflüssiger Produkte mit höheren Wasserstoffgehalt. | 36 |
| C. UNTERSUCHUNGEN AUF DEM GEBIETE DER ANWENDUNGEN VON ÖLERZEUGNISSEN. | |
| 1. Identifizierung von Verschmutzungsprodukten in Verbrennungsmotoren. | 37 |
| 2. Oxydationsbeständigkeit von Schmierölen in Zusammenhang mit der Konstitution des Ausgangsstoffes. | 38 |
| 3. Festsetzung der an konsistente Fette zu stellenden Anforderungen und Entwicklung geeigneter Prüfmethoden. | 39 |
| 4. Entwicklung und Verbesserung von Laboratoriumsmethoden zur Feststellung von Abnutzung und Alterung von Schmierölen in Motorenbetrieb. | 39 |
| 5. Untersuchung mechanischer Eigenschaften von Strassenbaumischungen. | 40 |
| 6. Rheologie von Bitumen und Untersuchung nach der Wasserdurchlässigkeit. | 41 |
| 7. Asphaltbitumenanwendungen in der Industrie und in Baugewerbe. | 41 |
| 8. Verbesserung der rheologischen Eigenschaften von Bitumen durch Zusatz hochmolekularer Stoffe. | 42 |

| | |
|--|----|
| 9. Entwicklung idealer Brenner zum Heizen, Schneiden und Schweißen mit Propagas und Butagas. | 42 |
| D. BEREITUNG VON CHEMISCH-INDUSTRIELLEN ERZEUGNISSEN AUF PETROLEUMGRUNDLAGE. | |
| 1. Neue chemische Verbindungen durch Oxydation von Olefinen aus der Gasölstrecke. | 44 |
| 2. Anwendung von Wasserstoffperoxyd aus Erdöloxydationsprodukten in der organisch-chemischen Technik zur Synthese von Glykolen. | 45 |
| 3. Kondensation halogenhaltiger Verbindungen durch Entziehung des Halogens. | 45 |
| 4. Isolierung von Nichtkohlenwasserstoffen aus Erdölfractionen und deren Verwendung in der chemischen Industrie. | 46 |
| 5. Untersuchungen nach der Qualitätsverbesserung von Estersalzen aus Erdölolefinen und deren Verwendung als fettfreies Seifenaustauschprodukt. | 46 |
| E. ANWENDUNG VON ÖLPRODUKTEN ZUR BEREITUNG VON PFLANZENSCHUTZMITTELN. | |
| 1. Weitere Entwicklung von Oviziden für Sommerspritzung. | 47 |
| 2. Feststellung der insektiziden-, phytociden- und fungiziden Wirkung von Pflanzenschutzmitteln. | 48 |
| 3. Praktische Prüfung und Kontrolle von Pflanzenschutzmitteln. | 49 |
| 4. Studium der an Mineralöle zu stellenden Ansprüche für Anwendung in Pflanzenschutzmitteln. | 50 |
| 5. Bereitung von Dinitrokresolhaltigen Suspensionen in Wasser. | 51 |
| 6. Bearbeitung kolloid-chemischer Probleme für die Bereitung und Verwendung von Insektizidenemulsionen. | 52 |
| 7. Schutz von Fässern gegen saure Insektizidenemulsionen mittels säurebeständiger Harze. | 52 |

| | |
|---|----|
| F. VERSCHIEDENES. | |
| Analytische Untersuchungen zur Unterstützung der Forschungsarbeiten; Entwicklung von Laboratoriumapparatur. | |
| Bau einer Aufstellung für spektrochemisch-analytische Untersuchung. | 53 |
| III. <u>FORSCHUNGSARBEITEN FÜR DIE RHENANIA-OSSAG MINERALÖLWERKE A.G., HAMBURG.</u> | 54 |
| IV. <u>UNTERSUCHUNGEN FÜR DIE ROHÖLGEWINNUNG A.G., WIEN.</u> | |
| Untersuchungen von Gesteinsproben (Kernen) aus Tiefbohrungen der R.A.G. | 54 |
| V. <u>UNTERSUCHUNGEN VON SPEZIALÖLEN UND AUSFÜHRUNG VON KONTROLLANALYSEN FÜR DIE KROATISCHE SHELL (ZAGREB).</u> | 54 |
| VI. <u>FORSCHUNGSARBEITEN FÜR DRITTEN.</u> | 54 |
| VII. <u>BERATUNGEN FÜR DIE AMSTERDAMER ANLAGEN, HAUPTSTELLE UND B.I.M.</u> | 55 |

=====