

II-F-2.

GLASAPPARATUR ZUR BESTIMMUNG
DER ZERSETZUNG VON SbCl_3 BEI
RÜCKGEWINNUNG AUS DER EXTRAKT-
PHASE.

Im Monatsbericht Nr. 9 wurden unter II-B-1 bereits die in einer dazu eigens gebauten Glasapparatur vorgenommenen analytischen Versuche zur Bestimmung der SbCl_3 -Zersetzung erwähnt.

Wir wollen hier noch einige Einzelheiten ausführen über diese Apparatur, die durch unsere spezielle Destillationsabteilung konstruiert und montiert worden war. Die Anforderung einer vakuumdichten Apparatur und die Aggressivität von warmem SbCl_3 für Kork, Gummi, usw. nötigte uns sämtliche Kork- oder Gummiverbindungen zu vermeiden, so dass zu einer vollkommenen Zusammenschmelzung beschlossen wurde.

Die verschiedenen in der Glasbläserei nach Maszskizze aus Duran- oder Pyrexglas angefertigten Teile wurden erst in der verlangten Stellung auf einen Montagerahmen festgeklammert und danach wurden die Rohrverbindungen angebracht und angeschmolzen. Die Bruchgefahr infolge auftretender Spannung beim Anwärmen konnte ganz behoben werden, indem an dazu geeigneten Stellen Spiralen oder Sonderwindungen in den Leitungen angebracht wurden.

Alle Heizenergie wurde wegen der bequemen Regulierbarkeit elektrisch zugeführt; auch die indirekte Heizung der Säule und des Vorheizers mittels siedender Flüssigkeiten erfolgte elektrisch.

Die Montage war ein vollkommener Erfolg: bei der Inbetriebnahme trat nirgends Bruch auf, und die Apparatur war gut vakuumdicht.

Betreffend die darin angestellten Versuche sei auf Monatsbericht Nr. 9 (II-B-1) verwiesen. Hier folgen nur ein Plan, eine Photographie und eine kurze Beschreibung der Apparatur.

Beschreibung Apparatur.

1. Säule.

Die Destillation erfolgt in einer Destilliersäule von 2 m Länge und 5 cm \varnothing . Der Grundstoff (Öl + SbCl_3) wird in der Mitte

eingeführt, so dass der untere Teil der Säule als Abstreifer, der obere Teil als Rektifiziersäule dient. Die Säule ist mit Berl-Sattelkörpern von 10 mm gefüllt, so dass die rektifizierende Wirkung beider Teile bei genügender Belastung mit der von 2 - 3 theoretischen Böden übereinstimmt.

Im oberen Teil der Rektifiziersäule ist mit Hilfe eines Schliffes ein Rückflusskühler angebracht, bestehend aus einem spiralisierten Rohr mit 6 mm lichter Weite. Als Kühlflüssigkeit benutzen wir Öl. Der Rückfluss wird reguliert indem man mehr oder weniger Öl pro Zeiteinheit durch den Kühler leitet. Im oberen Teil befindet sich ein Thermometer.

Der Rückstand strömt in den Kolben A. Auch dieser Kolben ist mittels eines weiten Schliffes mit der Säule verbunden. Der warme Rückstand (etwa 200°) kommt jedoch nicht unmittelbar mit dem Schleifstück in Berührung, sondern geht durch ein im Schliff eingeschmolzenes engeres Rohr. Dadurch wird Bruch und etwaiges Verkleben der Teile des Schliffes verhindert.

II. Einfuhr Grundstoff.

Der Grundstoff befindet sich in den beiden Gefässen B. Diese werden mittels eines aussen angebrachten Heizdrahtes elektrisch auf Temperatur gehalten, da $SbCl_3$ bei Zimmertemperatur fest ist. Die Temperatur wird gemessen mit einem Thermolement, wozu im unteren Teil der Gefässe ein enges Röhrchen eingeschmolzen worden ist.

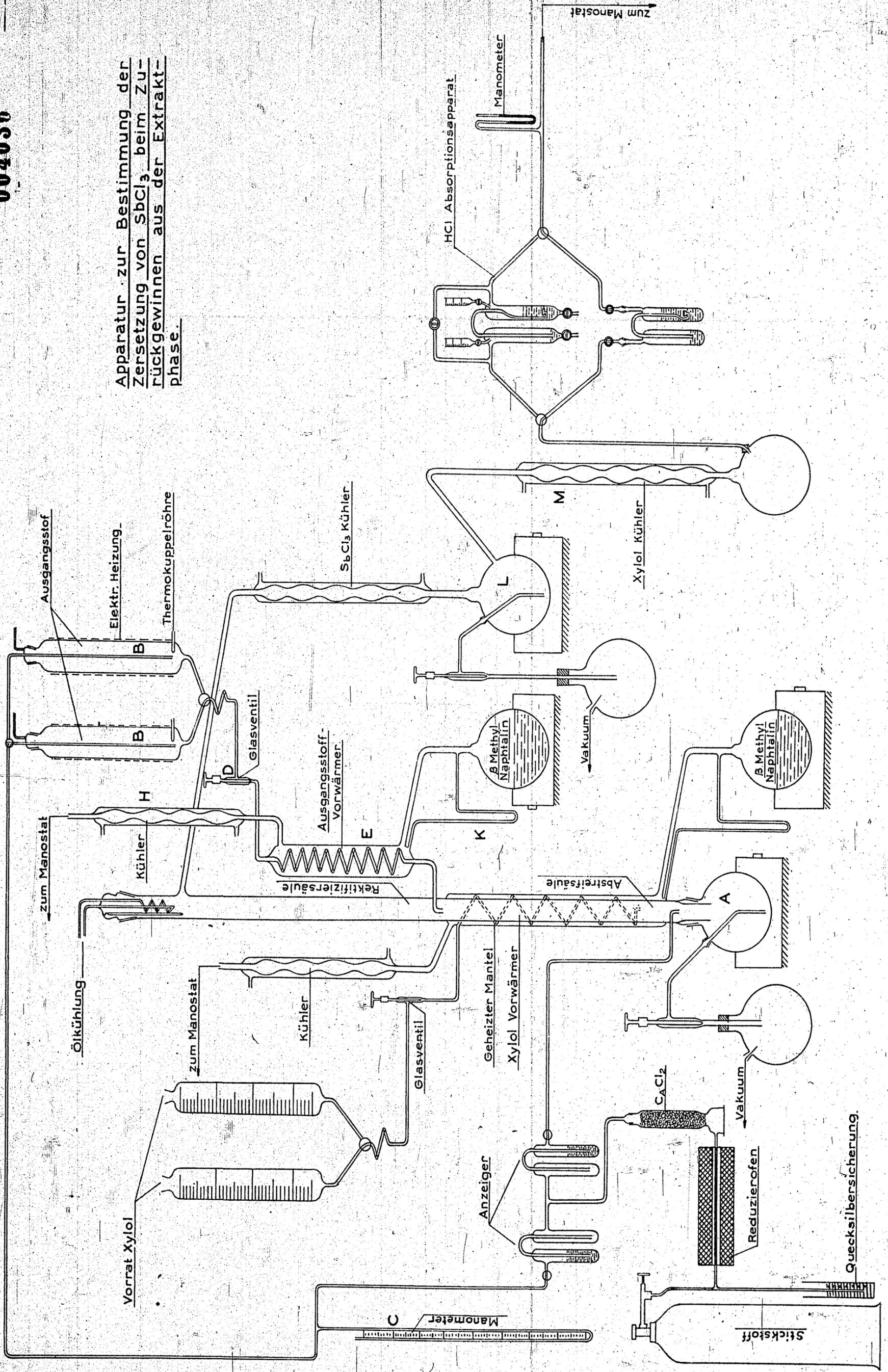
Das Niveau des Grundstoffes ist, infolge der dunklen Farbe und der Verschmutzung der inneren Wand, nicht sichtbar. Um doch die Einfuhrgeschwindigkeit messen zu können, ist im Stopfen ein enges Rohr angebracht, das bis an den Boden reicht und wodurch Stickstoff geleitet wird. Der Überdruck, nötig um diesen Stickstoff durchperlen zu lassen, entspricht der Höhe der Flüssigkeit im Gefässe, multipliziert mit dem spezifischen Gewicht (wenn wenigstens langsam durchgeleitet wird). Dieser Überdruck wird auf dem Manometer C abgelesen.

Auf diese Weise erreichen wir gleichzeitig, dass der Grundstoff von der Luft abgeschlossen ist, so dass kein Antimonoxychlorid

004036

I-F

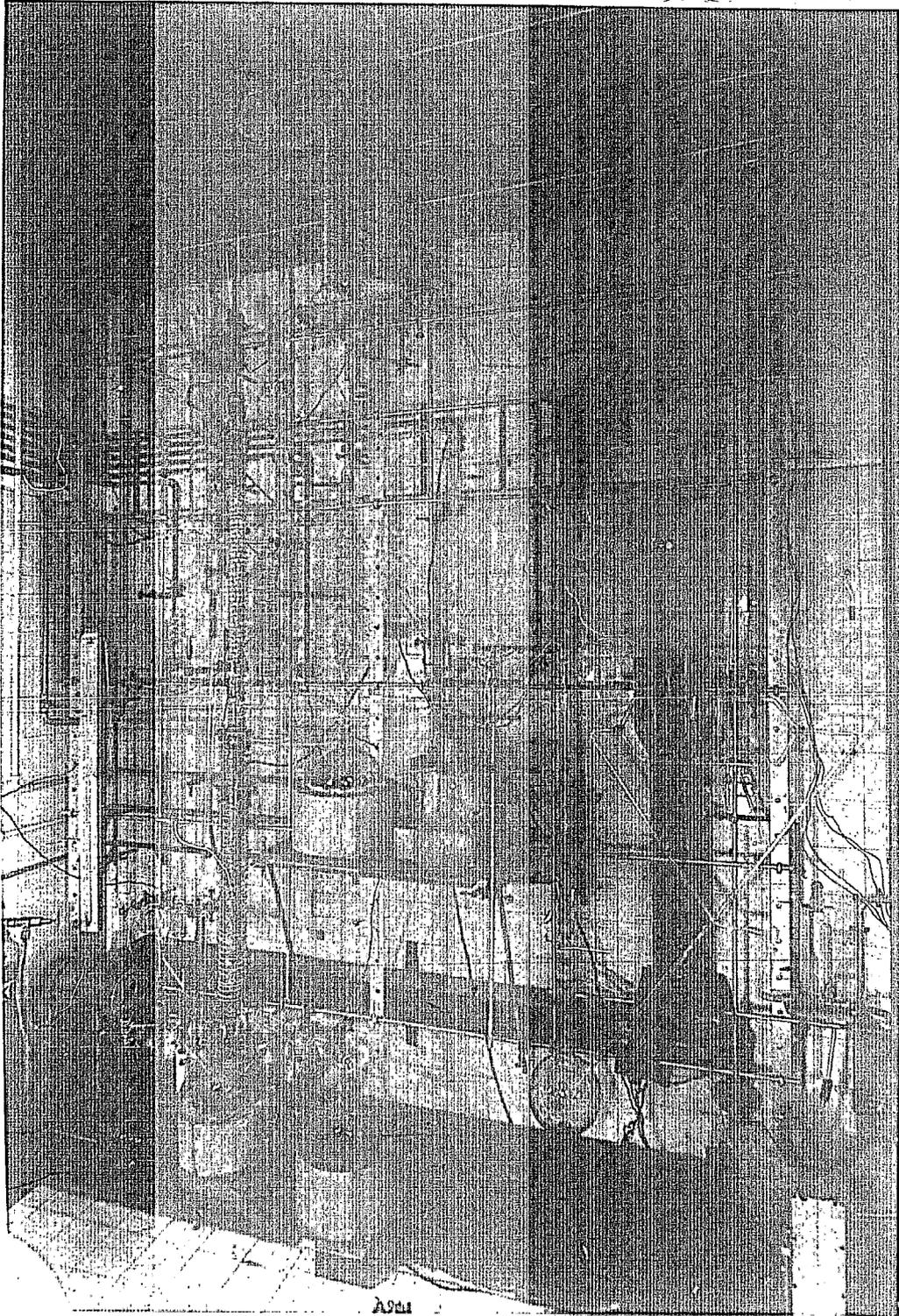
Apparatur zur Bestimmung der Zersetzung von $SbCl_3$ beim Zurückgewinnen aus der Extraktphase.



L.B.P.M.A

Masstab 1:10 20540-A3

004037



und Salzsäure gebildet werden können.

Die Grundstoffzufuhr regulieren wir mit einem gläsernen Nadelventil D.

Siehe Photo

Dies besteht aus einem Glasrohr, unten konisch verjüngt, in dem ein Glasstab, gleichfalls konisch am Ende, auf und nieder bewegt werden kann. Mit diesem Ventil wird eine sehr konstante Grundstoffzufuhr erzielt. Nach dem Passieren dieses Ventils wird die Flüssigkeit im Vorerhitzer E auf die richtige Temperatur gebracht.

Der Vorerhitzer besteht aus einem spiralisierten Glasrohr von 12 mm lichter Weite. Die Spirale hat 16 Windungen und einen Durchmesser von $5\frac{1}{2}$ cm. Sie befindet sich in einem Glasmantel, der mit einem Kolben von 4 Liter, gefüllt mit β -Methylnaphthalin, verbunden ist. Der Dampf des siedenden Methylnaphthalins erhitzt die Spirale, wird danach im Kühler H gekühlt und geht via die Wand des Mantels und den Schwanenhals K in den Vorratskolben zurück.

Der Kühler steht in Verbindung mit einem Manostat, mit dem wir den Druck im System, und also die Siedetemperatur des Methylnaphthalins, regeln.

III. Einfuhr Xylol.

Im unteren Teil des Abstreifers leiten wir überhitzte Xyloldämpfe. Die Zufuhr des Xylols regulieren wir in ähnlicher Weise wie die des Grundstoffes. Die Vorratsgefäße sind kalibriert, so dass die Einfuhrgeschwindigkeit unmittelbar abgelesen werden kann.

Es ist für die Versuche von Belang diesen Xyloldampf auf die Temperatur einzuführen, die auch im Abstreifer herrscht. Der Abstreifer wird in ähnlicher Weise erhitzt wie der Grundstoffvorerhitzer, also mit Hilfe eines Mantels und des Dampfes von Methylnaphthalin.

In diesem Mantel ist auch eine Spirale angebracht, die den Xyloldampf auf die richtige Temperatur bringt.

IV. Stickstoffreinigung.

Um durch den ganzen Apparat hindurch, also auch nach der Kühlung, einen Dampfstrom zu erhalten und dadurch das gebildete HCl-Gas durch die Absorptionsapparatur zu leiten, führen wir eine kleine Stickstoffmenge unten in den Abstreifer.

Dieser Stickstoff wird erst durch ein mit Kupferstäbchen gefülltes, in einen Ofen gestelltes Quarzrohr geführt um es ganz stickstofffrei zu machen. Danach passiert der Stickstoff einen Trockenturm mit CaCl_2 und einige Anzeiger zur Regulierung der Geschwindigkeit.

In der Reinigungsapparatur wird mittels einer Quecksilbersicherheit ein kleiner Überdruck eingehalten.

V. Kühlung.

Das Kühlsystem besteht aus einem warmen Kühler, der auf etwa 70°C gehalten wird und in dem hauptsächlich SbCl_3 kondensiert. Dieses Kondensat strömt in den Kolben I.

Der Xyloldampf passiert diesen Kühler grösstenteils und kondensiert im Kühler M, der mit Leitungswasser gekühlt wird.

VI. HCl-Absorptionsapparatur.

Die Absorptionsapparatur besteht aus zwei Teilen. Die zwei oberen Waschflaschen dienen dazu etwaiges noch in der Apparatur anwesendes HCl-Gas zu absorbieren.

Dazu wird Lauge mit Phenolphthalein zugetröpfelt, während in die Apparatur Xylol nebst etwas Stickstoff eingeführt wird.

Ist auf diese Weise nachgewiesen, dass alles HCl verschwunden ist (keine weitere Entfärbung), so wird auf die zwei unteren Waschflaschen umgeschaltet und gleichzeitig Grundstoff in die Apparatur eingeführt.

Das gebildete NaCl wird gravimetrisch als AgCl bestimmt.

II-F-3.

SCHARF LOKALISIERTE TEMPERATURMESSUNG IN EINEM GEBIET MIT EINEM STEILVERLAUFEN- DEN GRADIENTEN.

In einem Quarzrohr \varnothing 4 mm mussten scharf lokalisiert Wandtemperaturen gemessen werden in einem Gebiet mit einem Temperaturgradienten von etwa $25^\circ/\text{mm}$ auf beiden Seiten ansteigend bis zu einem Maximum von etwa 700°C . (Für Untersuchung II-B-11).

Dazu wurde in das Rohr ein Thermoelement eingeschoben (Drahtdurchmesser 0.6 mm), dessen Lötstelle mit einem silbernen Käppchen versehen war zur Erzielung einer guten Wärmeübertragung der Wand.

Die Resultate waren sehr schlecht. Die Messung ergab Unterschiede von 140°C für die Temperatur an derselben Stelle, davon abhängig ob die Elemente auf den Wärmetransport in den dicken Drähten zurückzuführen.

Zur Erzielung einer genauen Messung muss die Wärmezufuhr zu der Lötstelle möglich gross und der Wärmeabtransport durch die Drähte möglichst gering sein.

Der Lötstelle eine grosse Oberfläche zu geben widerspricht der Anforderung einer lokalisierten Messung; wohl kann diese möglichst in der Nähe der Wand angebracht werden.

Der Wärmetransport kann vermindert werden indem man den Durchmesser der Drähte so klein wie möglich macht und weiter dafür sorgt, dass der Gradient im Draht möglichst gering ist.

Zunächst bestimmten wir welche Drahtlänge von der Lötstelle an gerechnet des Elementenmaterials (Pt/Pt-Rh) auf derselben Temperatur gehalten werden muss, damit der Wärmeabtransport von der Lötstelle vernachlässigbar klein sei, und auch welchen Einfluss die Drahtstärke darauf hat.

Dies prüften wir auf die folgende Weise (siehe Abb. 1):

Ein Porzellengefäss a, das in einen elektrischen Ofen gestellt ist, enthält geschmolzenes Antimon.

Zur Isolierung schwimmt auf dem Metall eine Syndanyo-Platte b, die mit einem Loch versehen ist. Darüber steht das gleichfalls durchbohrte Quarzrohr c. Durch die Löcher steckt ein dünnwandiges U-förmiges Quarzröhrchen d, in dem das zu prüfende Element e angebracht ist (siehe Detailzeichnung). Das Quarzröhrchen ist etwa 0.4 mm dick und schmiegt sich am Draht an (Spielraum 0.15 mm).

Die Löcher sind luftdicht abgeschlossen durch ein dünnes Asbestplättchen f.

Zur Erzielung einer grossen Temperaturdifferenz wird in das Rohr c Luft eingeblasen, wodurch die Temperatur dort etwa 170° C beträgt.

Vom Antimon wird darauf die Erstarrungskurve gemessen, deren flacher Teil bei 630° liegt; dabei wird geprüft welchen Einfluss die Eintauchtiefe g auf die Anweisung des Elements hat.

Diese Bestimmungen wurden ausgeführt mit 2 Elementen mit \varnothing 0.5 mm bzw. 0.1 mm. Wenn der Wärmetransport durch die Quarzisolierröhrchen nicht in Rechnung gezogen wird, und dazu die Quarzdicke umgerechnet wird in eine äquivalente P-4-Dicke, betragen die effektiven \varnothing 0.2 bzw. 0.55 mm.

In nachstehender Tabelle wird die EMK der Elemente bei verschiedenen Eintauchtiefen und einer Badtemperatur von 630° C angegeben. Zu bemerken ist, dass das EMK-Temperaturverhältnis beider Elemente nicht gleich war.

Eintauchtiefe in mm	EMK 0.5 mm in mV	EMK 0.1 mm in mV
12	510	540
17	561	551
22	585	552
27	588	-
37	590	-
57	591	553

Im Diagramm (Abb. 2) ist aufgetragen worden wieviel ° C unter dem verlangten Wert die Anweisung des Elements bei verschiedenen Eintauchtiefen ist.

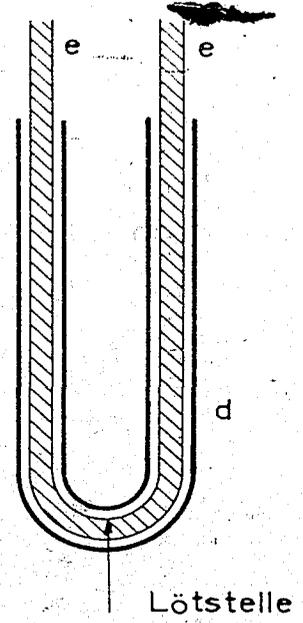
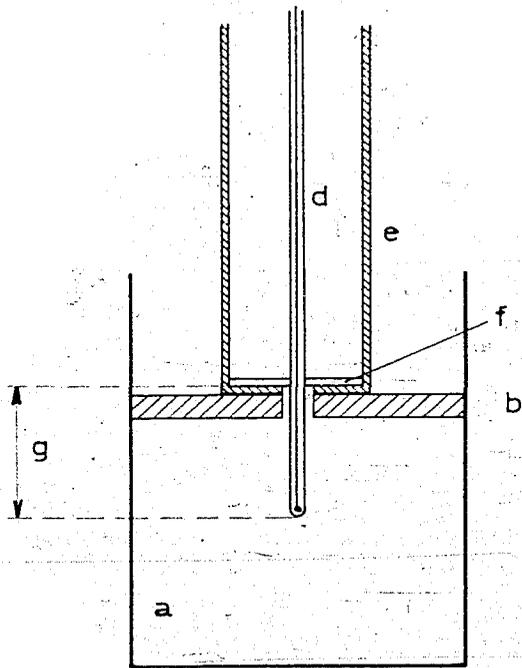


Abb. 1

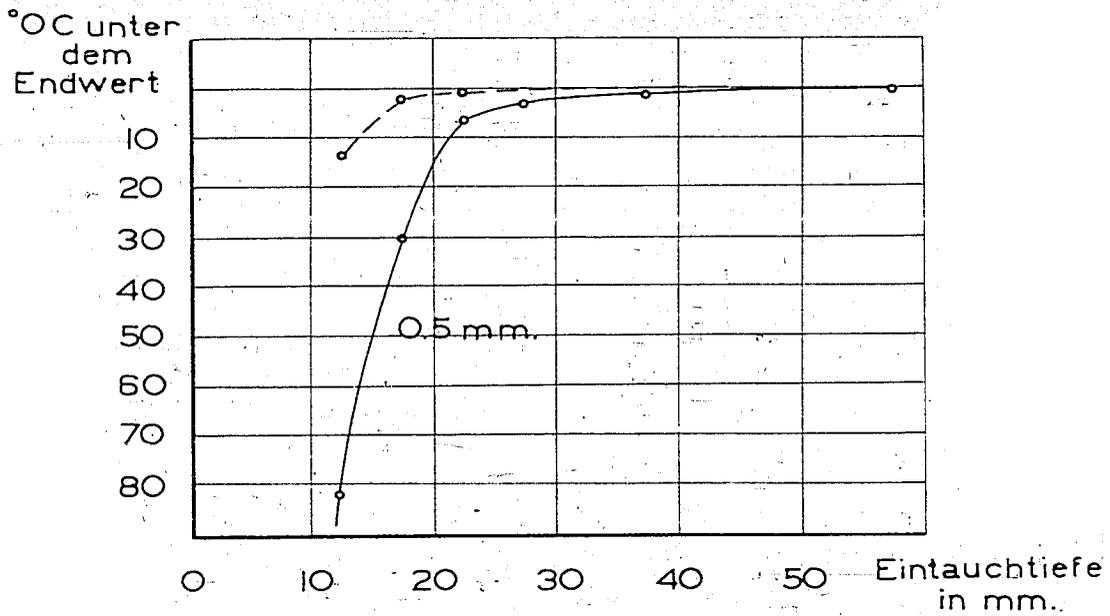


Abb. 2

Aus diesem Diagramm geht also hervor, dass bei der obwaltenden Temperaturdifferenz das Element von 0.5 mm ϕ über eine Länge von etwa 35 mm auf die zu messende Temperatur zu halten ist um eine Abweichung von nicht über 2° C hinaus zu erhalten. Für das Element mit einer Drahtdicke von 0.1 mm wird dieser Wert etwa 17 mm.

Für die Temperaturmessung im Quarzrohr war also ein Element zu konstruieren, das eine Drahtstärke von 0.1 mm hat und über etwa 1 mm eine Länge von 2 x 17 mm hat. Da auch dieser Draht irgendwie zu stützen ist, haben wir die Werte für das 0.1 mm Element mit der Isolierung eingehalten.

Über die Konstruktion folgen im nächsten Monatsbericht nähere Mitteilungen.

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

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

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

U N T E R S U C H U N G E N V O N G E S T E I N -
 P R O B E N (K E R N P R O B E N) A U S T I E F -
 B O H R U N G E N D E R R . A . G .

In der Untersuchungsperiode wurden keine Arbeiten für die R.A.G. in Auftrag genommen.

Dieses Thema fällt bis auf weiteres aus.

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.

004045

- 78 -

VI. FORSCHUNGSARBEITEN
FÜR DRITTEN.

Pro memoria.

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

In der Berichtsperiode gab die
Arbeit zur Beratung der Zentrale und B.I.M.
und für die Amsterdamer Produktion keinen
Anlass zu besonderen Bemerkungen.

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
<u>II. ALLGEMEINE FORSCHUNGSARBEITEN AUF DEM ERDÖL- UND MINERALÖLGEBIETE.</u>	
<u>A. UNTERSUCHUNGEN AUF DEM GEBIETE DER ÖLERFORSCHUNG UND ÖLFÖRDERUNG.</u>	
1. Voraussagen über die Fündigkeit von Erdöl aus der Kenntnis der Ölmuttergesteine und der Migrationswege des Erdöls.	5
2. Untersuchungen von Bohrkernen aus den Bohrungen im Osten der Niederlande.	6
3. Sediment-Petrografische Forschung: Korngrösseuntersuchung.	7
4. Bestimmung der Ausbeute an gewinnbaren Ölen aus ölführenden Schichten.	8
5. Verbesserung der Ölausbeute ölführender Schichten durch Verdrängung restlichen Öles durch Wasser.	10
6. Das Auffinden eines Ersatzmittels für Zement zum Abdichten der Bohrlochsole.	10
7. Verbesserung von Dickspülung und Untersuchung von Ton auf die Verwendungsmöglichkeit für Dickspülung.	11
8. Theoretische Untersuchung nach der Viskositäts- und Thixotropieerniedrigenden Wirkung von Chemikalien auf Dickspülung.	13

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

- | | |
|--|----|
| 1. Herstellung hochwertiger Schmieröle durch Extraktion von Rückstandölen mit Antimontrichlorid. | 14 |
| 2. Qualitäts- und Ausbeutesteigerung von hochwertigen Schmierölen durch Perkolation über selektiven Adsorptionsmitteln. | 17 |
| 3. Verbesserung von Extraktionsverfahren. | 21 |
| 4. Konstitutionsermittlung von Mineralölen durch Spektralanalyse. | 21 |
| 5. Messung von Gas-Flüssigkeitsgleichgewichten. | 23 |
| 6. Studium zur Herstellung hochwertiger Schmierfette unter Berücksichtigung des Einflusses der Komponenten und der Arbeitsbedingungen. | 23 |
| 7. Entwickeln von Analysemethoden für Kohlenwasserstoffgemische aus dem Schmierölgebiete: Gruppenanalyse und Strukturanalyse zur Aufklärung der chemischen Konstitution von Schmierölen. | 25 |
| 9. Entwicklung von Rektifikationsanlagen für den Laboratoriumsgebrauch. | 26 |
| 10. Erhöhung des Klopffwertes von Kraftstoffen durch Isomerisation und Dehydrierung. | 29 |
| 11. Berechnung der Grundlagen für die Übertragung chemischer Reaktionen, insbesondere katalytischer Reaktionen vom Laboratorium in die Praxis. | 32 |
| 12. Physikalisch-chemische Untersuchungen über Katalyse und Katalysatoren. | 37 |
| 13. Aufbaureaktionen durch photochemische endständige Anlagerung von Halogenwasserstoff an Olefine. | 40 |
| 14. Grundlegende Untersuchungen auf dem Gebiete induzierter Kettenreaktionen zur Bereitung hochwertiger Benzine, Schmieröle oder chemisch-industrieller Erzeugnisse. | 42 |

Seite:

15. Untersuchung nach der korrosiven Wirkung von Erdöl-Naphthensäuren auf Metalle.	45
17. Bereitung von Strassenbaubitumina aus paraffinhaltigen Bitumina.	46
18. Herstellung von Gasölen aus schwefelreichen paraffinischen Rohölen durch Druckhydrierung.	46
19. Anlagerung von Methan an Erdölrückstände zur Herstellung dünnflüssiger Produkte mit höherem Wasserstoffgehalt:	46
 C. UNTERSUCHUNGEN AUF DEM GEBIETE DER ANWENDUNGEN VON ÖLERZEUGNISSEN.	
1. Identifizierung von Verschmutzungsprodukten in Verbrennungsmotoren.	47
2. Oxydationsbeständigkeit von Schmierölen im Zusammenhang mit der Konstitution der Ausgangsstoffe.	48
3. Festsetzung der an konsistente Fette zu stellenden Anforderungen und Entwicklung geeigneter Prüfmethode.	49
4. Entwicklung und Verbesserung von Laboratoriumsmethoden zur Feststellung von Abnutzung und Alterung von Schmierölen im Motorenbetrieb.	50
5. Untersuchungen mechanischer Eigenschaften von Strassenbaumischungen.	53
6. Rheologie von Bitumen und Untersuchung nach der Wasserdurchlässigkeit.	54
7. Asphaltbitumenanwendungen in der Industrie und im Baugewerbe.	54
8. Verbesserung der rheologischen Eigenschaften von Bitumen durch Zusatz hochmolekularer Stoffe.	56
 D. BEREITUNG VON CHEMISCH-INDUSTRIELLEN ERZEUGNISSEN AUF PETROLEUMGRUNDLAGE.	
1. Neue chemische Verbindungen durch Oxydation von Olefinen aus der Gasölstrecke.	59
2. Die Bereitung von Wasserstoffperoxyd durch unvollständige Oxydation von Propan.	59

5. Untersuchungen nach der Qualitätsverbesserung von Estersalzen aus Erdöllolefinen und deren Verwendung als fettfreies Seifenaustauschprodukt.	61
E. ANWENDUNG VON ÖLPRODUKTEN ZUR BEREITUNG VON PFLANZENSCHUTZMITTELN.	
1. Weitere Entwicklung von Bioziden.	62
2. Feststellung der insektiziden und fungiziden Wirkung von Pflanzenschutzmitteln.	65
3. Praktische Prüfung und Kontrolle von Pflanzenschutzmitteln.	65
4. Studium der an Mineröle und Ölemulsionen zu stellenden Ansprüche für Anwendung in Pflanzenschutzmitteln.	66
F. VERSCHIEDENES.	
1. Brechungsindex absorbierender Flüssigkeiten.	68
2. Glasapparatur zur Bestimmung der Zersetzung von $SbCl_3$ bei Rückgewinnung aus der Extraktphase.	70
3. Scharf lokalisierte Temperaturmessung in einem Gebiet mit einem steilverlaufenden Gradienten.	74
III. <u>FORSCHUNGSARBEITEN FÜR DIE RHENANIA-OSSAG MINERALÖLWERKE A.G., HAMBURG.</u>	77
IV. <u>UNTERSUCHUNGEN FÜR DIE ROHÖLGEWINNUNG A.G., WIEN.</u>	77
V. <u>UNTERSUCHUNGEN VON SPEZIALÖLEN UND AUSFÜHRUNG VON KONTROLLANALYSEN FÜR DIE KROATISCHE SHELL (ZAGREB).</u>	77
VI. <u>FORSCHUNGSARBEITEN FÜR DRITTEN.</u>	78
VII. <u>BERATUNGEN FÜR DIE AMSTERDAMER ANLAGEN, HAUPTSTELLE UND B.I.M.</u>	78