

3996 - 30/30/ et al  
/55

004333

MONATSBERICHT  
=====

LABORATORIUM AMSTERDAM.  
=====

Nr. 5.

August 1943.

(Berichtsperiode 15. Juli - 1. September)

Betriebsnr. O/1900/0040.

004334

I.

ERZEUGUNG FÜR DEN  
NIEDERLÄNDISCHEN MARKT.

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

I-1.

## HERSTELLUNG VON SCHMIERFETTEN.

In der Periode von 16. Juli bis 31. August 1943  
wurden zum Behuf des niederländischen Marktes hergestellt:

37.8 t Kalkfett  
13.3 " Hochdruckfett  
13.3 " Kugellagerfett R 140  
1.7 " Wasserpumpenfett  
0.3 " Schmierfett für Zwirnmaschinen  
----- ("Travellerfett")  
66.4 t insgesamt.

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

-----

I-2.

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

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

-----

I-3.

HERSTELLUNG VON SCHÄDLINGSBEKÄMPFUNGS-  
MITTELN.

Mit den letzten dinitrokresolhaltigen Resten der  
Nitroleum Produktion in Pernis und der Restmenge Dinitro-  
kresol wurden im Monat Juli noch 6.5 Tonnen Olphase zur Her-  
stellung von Shell WD 200 und Shell WU 117 fertig gemacht.

-----

I-4.

HERSTELLUNG VON BITUMENEMULSIONEN UND  
GLASERKITTERSATZ.

Die Produktion im Juli und August betrug:

		<u>Juli</u>	<u>August</u>
C 13 S	(Emulsion für Glaserkittersatz)	9.4	12.5 t
C 13 HPC	(Emulsion für Schutzanstriche)	5.1	12.5 t

-----

004336

- 2 -

I-5.

HERSTELLUNG VON LÖSUNGSMITTELN FÜR  
LACKE UND FIRNISSE.

1. Herstellung von Tetrahydronaphthalin.

In der Berichtsperiode schritt die Produktion regelmässig fort. Aus 46.0 Tonnen Naphthalin wurden 46.6 Tonnen Tetrahydronaphthalin hergestellt.

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

2. Herstellung von Methylcyclohexanol.

Aus 6.8 Tonnen Kresol wurden 6.4 Tonnen Methylcyclohexanol hergestellt mit einer mittleren Ausbeute von 93 %, auf Kresol berechnet.

-----

I-6.

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

In der Apparatur für die Hydrierung von Glukose wurden in der Berichtsperiode 7.2 Tonnen Sorbit hergestellt.

004337

II.

ALLGEMEINE FORSCHUNGSARBEITEN  
AUF DEM  
ERDÖL- UND MINERALÖLGEBIETE.

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

II-A-1.

VORAUSSAGEN ÜBER DIE FÜNDIGKEIT VON  
 ERDÖL AUS DER KENNNTNIS DER ÖLMUTTER-  
 GESTEINE UND DER MIGRATIONSWEGE DES  
 ERDÖLS.

UNTERSUCHUNGSTHEMA:

Zweck der Untersuchungen ist eine Methode zu finden um mittels Rohölanalysen festzustellen, ob verschiedene Öle aus einem Gebiet einen gemeinschaftlichen Ursprung aus einer Ölmutterformation haben oder ob sie aus mehreren Mutterformationen stammen, und wenn möglich die Lage dieser Ölmutterformation(en) zu ermitteln.

Wie in den Mai- und Juni-berichten dargelegt, sind die Ölgebiete von Sumatra ganz besonders geeignet für fundamentelle Untersuchung und Ausarbeitung der Methodik auf diesem Gebiete.

ZUSAMMENFASSUNG DER UNTERSUCHUNG:

Von sieben Benzinen, herrührend von verschiedenen Feldern und stratigraphischen Niveaus von Nordsumatra, kamen teilweise Ergebnisse zur Verfügung. Es stellte sich heraus, dass auch hier, ebenso wie in Südsumatra, der Alkangehalt bestimmter Benzinfraktionen bei den verschiedenen Ölen sehr analog war. Der absolute Wert des Alkangehaltes ist in Nordsumatra aber ein wenig, doch sichtlich höher als in Südsumatra. Insoweit auf Grund des geringen und noch zu wenig umfassenden Analysenmaterials geurteilt werden darf, deutet dies darauf hin, dass auch in Nordsumatra die Öle verschiedener Horizonte und Felder aus einer gemeinschaftlichen Ölmutterformation stammen. Der kleine Unterschied in Alkangehalt dürfte darauf hinweisen, dass, trotz der grossen Ähnlichkeit im geologischen Bau der nord- und südsumatranischen Ölgebiete, die Ölbildungsbedingungen und/oder das Ausgangsmaterial der beiden Ölsorten doch noch einigermaßen verschieden wären.

Wir arbeiteten weiter an der Bestimmung des Verhältnisses verzweigte/unverzweigte Alkane einer Anzahl Benzinfraktionen Südsumatras und fingen mit derselben Untersuchung bei den obenerwähnten Benzinen Nordsumatras an. Diese hat zum Zweck über mehr geochemische Kennzeichen von Benzinen verfügen zu können als nur den Alkangehalt. Das Wunschenswerte dieser Untersuchung wurde bereits in unserem Maibericht 1943 erörtert; es stehen noch keine genügenden Resultate für eine Besprechung zur Verfügung.

Weiter begannen wir mit einem neuen Teil der geochemischen Rohöluntersuchung, nämlich der Untersuchung von über dem Benzängebiet siedenden Fraktionen. Bisher wurden ausschliesslich Benzine untersucht; dies konnte selbstverständlich nur bei genügend Benzin enthaltenden Rohölen erfolgen. Da dies bei lange nicht allen Rohölen der Fall ist (z.B. Tarakan, Wiener Becken, Bohrung Coevorden 2 der Schürfung Holland), ist es für die geologische Schürfung von Belang über geochemische Kennzeichen schwererer Fraktionen verfügen zu können.

Es liegt auf der Hand zunächst zu prüfen, ob Kennzeichen, die sich für Benzinfraktionen geochemisch charakteristisch erwiesen haben, das auch bei schwereren Fraktionen sind. Dies wird nunmehr an Fraktionen aus dem Kerosin-, Gasöl- und Spindelölgebiet geprüft. Dabei sind also Fraktionen, welche in praktisch jedem Rohöl vorkommen, was der allgemeinen Anwendbarkeit dieser Art Untersuchung zugute kommt.

Diese neue Untersuchung befindet sich noch in einem Anfangsstadium. Auf Technik und Resultate kommen wir zu seiner Zeit in späteren Monatsberichten zurück.

#### GEPLANTE UNTERSUCHUNG:

Fortsetzung der Untersuchung nach geochemischen Kennzeichen von Rohölen. Dazu werden einerseits Benzine aus den Ölgebieten Nord- und Südsumatras vergleichsweise untersucht werden, andererseits werden die Arbeiten fortgesetzt werden, welche die geochemische Identifizierung benzinarmer Öle bezwecken.

II-A-2.

#### UNTERSUCHUNGEN VON BOHRKERNEN AUS DEN BOHRUNGEN IM OSTEN DER NIEDERLANDE.

#### UNTERSUCHUNGSTHEMA:

Mineralogische Serienuntersuchung der Bohrkerne 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.

Dafür kam diesmal besonders in Betracht die Untersuchung der mehr sandigen, fossilfreien Schichten, da im übrigen Profil bereits eine gute palaeontologische Einteilung erzielt wurde.

ZUSAMMENFASSUNG DER UNTERSUCHUNG:

Untersucht wurden die Bohrung Enschede 1 und ein Teil einer Bohrung des Reichsschürfungsdienstes in Buurse.

Von Enschede 1 wurden die nachfolgenden Formationen untersucht: Hauterivien, Valanginin (Valendis), Wealden und Röt. Am wichtigsten war dabei die Untersuchung der Sande des Röts, die sich palaeontologisch schwer oder nicht nachweisen lassen. Diese enthalten 20-30 % Granat. Die anderen Formationen enthalten Mineralassoziationen im Rahmen der Ergebnisse früherer Untersuchungen. Deutlich prägen sich die Verwerfung und Diskordanzen zwischen Röt und Hauterivien bzw. Valanginin durch abweichende Zusammensetzung aus.

Die Muster aus Buurse umfassen den Unter-Buntsandstein. Dieser enthält einen niedrigeren Granatgehalt, 10-20 %, als der Röt- und Mitten-Buntsandstein, so dass es eine gute Möglichkeit gibt, dass die mineralogische Untersuchung einen Unterschied zwischen diesen praktisch nicht zu unterscheidenden Formationen ergeben kann.

GEPLANTE UNTERSUCHUNG:

Die Untersuchung wird fortgesetzt mit Mustern der Bohrungen Deuringen und Lochem, in denen gleichfalls Buntsandstein vorkommt.

-----

II-A-3.

SEDIMENT-PETROGRAPHISCHE FORSCHUNG :  
KORNGRÖSSE-UNTERSUCHUNG.

UNTERSUCHUNGSTHEMA:

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

ZUSAMMENFASSUNG DER UNTERSUCHUNG:

Die Bearbeitung des bisher gesammelten experimentellen Materials hat im Monatsbericht dazu geführt, dass vier Berichte mit vorläufigen Ergebnissen der Korngrösseuntersuchung, ergänzt mit Literaturdaten, abgefasst wurden.

Aus dieser ersten Zusammenfassung geht hervor, dass eine Unterscheidung zwischen Fluss-, Watten-, Dünen- und Tiefseeabsetzungen auf Grund von Korngrösseanalysen möglich ist.

Die Untersuchung wird inzwischen fortgesetzt.

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 SP-Effekt.UNTERSUCHUNGSTHEMA:

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

Bei den Messungen mit dem künstlichen Kern, der aus zwei Bentheimer und einem Oberkirchner Sandstein aufgebaut worden war, war nun das Eisengefäss durch ein Holzgefäss ersetzt um unerwünschte Kurzschlüsse in der Apparatur zu vermeiden.

ZUSAMMENFASSUNG DER UNTERSUCHUNG:

Bei den ersten Versuchen, wobei die ganze Apparatur möglichst gut von der Erde isoliert aufgestellt worden war und wobei auch jeglicher Kurzschluss zwischen den Elektroden so gut wie möglich verhindert wurde, wurde immer gegenüber dem mittleren Kern das grösste Potential gemessen. Dies war sowohl der Fall bei der Reihenfolge: Bentheimer - Oberkirchner - Bentheimer wie bei der Reihenfolge: Bentheimer - Bentheimer - Oberkirchner. Dies entspricht nicht den theoretischen Erwartungen, da theoretisch unter diesen Bedingungen ein überall gleiches, also von der Art des Steines unabhängiges Potential gefunden werden müsste.

Darauf wurden die Messungen wiederholt und dabei die Messelektroden mittels bestimmter, in Grösse schwankender Widerstände kurzgeschlossen. Diese Widerstände stellen die Leckwiderstände aus der Praxis dar, wo die Elektrode im Bohrloch durch die Dickspülung mit der oberirdischen Elektrode Kontakt hat.

Bei diesem Versuch wurden die folgenden Ergebnisse erhalten:

ZIHLENT/FEL 1.

Reihenfolge der Steine von oben nach unten	SP-Effekt (in mV) bei verschiedenen Leckwiderständen												
	W = ∞			W = 40.000 Ω			W = 10.000 Ω			W = 5.000 Ω		W = 1.000 Ω	
	m.V.	m.V.	Senkung(%)	m.V.	Senkung(%)	m.V.	Senkung(%)	m.V.	Senkung(%)	m.V.	Senkung(%)		
Oberkirchner (spez. Widerstand 747 Ω)	4.6	4.2	9	3.9	15	3.4	26	3.0	35				
Bentheimer (spez. Widerstand 388 Ω)	6.3	6.0	5	5.9	6	5.4	14	4.5	29				
Oberkirchner (spez. Widerstand 747 Ω)	4.5	4.3	4	4.1	9	3.7	18	2.9	35				

Aus diesen Zahlen geht zunächst hervor, dass auch jetzt wieder bei einem unendlich grossen Leckwiderstand gegenüber dem mittleren Stein das höchste Potential gemessen wurde, während nach der Theorie in diesem Fall überall dieselbe Potentialdifferenz bestehen müsste. Ob diese Diskrepanz von einem Fehler in der Theorie oder von einem Fehler in der experimentellen Bestimmung herrührt, ist vorläufig nicht zu entscheiden.

Infolge des künstlich angebrachten Leckes senkt sich weiter das Potential sämtlichen drei Steinen gegenüber. Dieser Rückgang ist in obiger Tabelle in % des Potentials bei  $W = \infty$  aufgenommen. Der Rückgang gegenüber dem mittleren Stein ist dabei etwas geringer als der gegenüber den Endsteinen, was den Erwartungen entspricht. Die Differenz ist jedoch klein. Obige Daten lassen aber noch keine endgültigen Folgerungen über den Einfluss des Formationswiderstandes auf den SP-Effekt zu. Dazu benötigen wir mehrere Messungen.

#### GEPLANTE UNTERSUCHUNG:

Da bei obigen Messungen keine höheren Drücke als etwa 3 Atm. angewandt werden konnten (bei höheren Drücken fand keine genügende Abdichtung statt) wird die Apparatur derart verfestigt werden, dass auch bei Drücken von wenigstens 10 Atm. Messungen ausgeführt werden können. Darauf werden die Messungen wiederholt werden, wobei auch die Reihenfolge der Steine geändert wird.

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

#### UNTERSUCHUNGSTHEMA:

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

Die Messungen mit den Mustern aus den östlichen Niederlanden, die zum Mesozoikum gehören, sind fortgesetzt.

#### ZUSAMMENFASSUNG DER UNTERSUCHUNG:

An erster Stelle sind die spezifischen Widerstände der im vorigen Monatsbericht erwähnten Muster, wovon damals die Druckabhängigkeit von der Porosität mitgeteilt wurde, bei den verschiedenen angewandten Drücken aus den gemessenen Gesamtwiderständen und den Abmessungen der Muster berechnet worden. Die erhaltenen Resultate sind in nachstehender Tabelle zusammengefasst.

ZÄHLENTAFEL 2.

Muster		Muster	
Oldenzaal 1, 470 m, Formation Tonschiefer, Lias		Losser, 238.5 m, Formation Unteralb	
Druck kg/cm <sup>2</sup>	spez. Widerstand (Ω)	Druck kg/cm <sup>2</sup>	spez. Widerstand (Ω)
0	-	0	-
81	38000	20	468
1740	6400	404	386
3550	5500	1030	+ 500
		1212	+ 300

Weiter wurden zwei neue Muster in die Untersuchung einbezogen. Die damit erzielten Resultate folgen nachstehend.

ZÄHLENTAFEL 3.

Muster			Muster		
Oldenzaal 1, 513.5 m, Formation Tonschiefer			Losser, 215.5 m, Formation Unteralb		
Druck kg/cm <sup>2</sup>	Porosität %	spez. Widerstand	Druck kg/cm <sup>2</sup>	Porosität %	spez. Widerstand
0	9.4	-	0	29.6	-
404	9.4	7080	40	29.6	932
465	8.0	2630	61	28.9	705
1010	6.3	2180	404	24.8	420
			727	20.6	370
			1020	17.8	380

Aus diesen Zahlen ist ersichtlich, dass die Oldenzaalener Muster einen wesentlich höheren elektrischen Widerstand haben als die Losser Muster. Dies hängt zweifellos mit der grösseren Porosität und dem höheren Wassergehalt letztgenannter Muster zusammen. (Wie im vorigen Monatsbericht erwähnt, wurde das Muster Losser 238.5 m sogar vorher mit Wasser gesättigt).

#### GEPLANTE UNTERSUCHUNG:

Das Muster Oldenzaal 1, 513.5 m, wurde im Urzustand gemessen (d.h. mit einem niedrigem Wassergehalt, nämlich 2.54 %). Das Muster wird nun mit Wasser gesättigt und danach werden die Messungen wiederholt werden.

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.

Nach Beendigung der im vorigen Monatsbericht erwähnten Versuche waren einige Zweifel entstanden über die Genauigkeit einiger experimentell bestimmten Ziffern, so dass beschlossen wurde einer der Versuche mit demselben Kern zu wiederholen, bevor mit den anderen Versuchen fortgefahren wurde.

Danach würden einige Versuche bei einem höheren Druckgradienten und Versuche mit einem Kern niedrigerer Permeabilität für Ausführung in Betracht kommen.

ZUSAMMENFASSUNG DER UNTERSUCHUNG:

Zur Prüfung der Zuverlässigkeit der bisherigen Ergebnisse wurde eine der Messungen mit dem bisher benutzten Kern (Permeabilität etwa  $2200 \times 10^{-11} \text{ cm}^2$ ) wiederholt. Das erhaltene Ergebnis war in genügender Übereinstimmung mit den früheren Resultaten, um sich auf diese Resultate stützen zu können.

Bevor wir die Versuche bei einem höheren Druckgradienten anfangen, wurde ein Versuch mit einem zweiten künstlichen Kernmuster mit einer Permeabilität von etwa  $330 \times 10^{-11} \text{ cm}^2$  angestellt. Als Strömungsflüssigkeit wurde dabei zunächst Kerosin benutzt.

Bis jetzt konnte eine Messung bei einem Druckgradienten von 24.0 cm Hg an einem Kern von 60.8 cm lang beendet werden. Dabei sind die nachfolgenden Resultate erhalten.

ZULENTAFEL 4.

Druckgradient in cm Hg per 50 cm	Ölgeschwindigkeit cc/Sek.	Gas-Öl-Verhältnis atm.-Druck	Sättigung %	Relative Permeabilität	
				Öl	Gas
19.75	0.00296	1.66	71	26.0	0.43

Besprechung dieser Zahlen folgt nachdem weitere Ergebnisse bekannt sein werden.

GEPLANTE UNTERSUCHUNG:

Die Messungen mit beiden Kernen werden bei anderen Druckgradienten und Gas-Öl-Verhältnissen wiederholt werden.

Die theoretischen Berechnungen unter Berücksichtigung des Einflusses der Schwerkraft werden fortgesetzt werden.

004345

- 10 -

II-A-5.

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

UNTERSUCHUNGSTHEMA:

Bestimmung des Einflusses der Geschwindigkeit der Ölverdrängung auf die Ölausbeute.

Die Versuche mit dem Kern hoher Permeabilität (etwa  $2400 \times 10^{-11} \text{ cm}^2$ ) sollten mit Paraffinöl statt Kerosin fortgesetzt werden um den Einfluss der Viskosität auf die Ausbeute zu studieren.

Mit dem zweiten Kern mit niedrigerer Permeabilität (etwa  $260 \times 10^{-11} \text{ cm}^2$ ) sollten die Versuche mit Kerosin bei verschiedenen Geschwindigkeiten der Wasserfront fortgesetzt werden.

ZUSAMMENFASSUNG DER UNTERSUCHUNG:

Der Kern mit einer Permeabilität von  $2400 \times 10^{-11} \text{ cm}^2$  wurde mit Paraffinöl gesättigt und danach ein Verdrängungsversuch mit Wasser ausgeführt (Geschwindigkeit der Wasserfront 18.2 m/Jahr). Bei der Erscheinung der Wasserfront am oberen Ende des Kernes betrug die Ausbeute 44.3 %; danach sind noch 4.2 % Öl produziert worden, so dass die Gesamtausbeute 48.5 % betrug.

Bei einem analogen Versuch, wobei die Geschwindigkeit der Wasserfront auf 324 m/Jahr eingestellt wurde, wurden folgende Werte gefunden: erste Ausbeute 44.6 %, gesamte Ausbeute 46.8 %.

Diese Resultate machen wiederum den Eindruck, dass bei der Verdrängung von Paraffinöl die Verdrängungsgeschwindigkeit nur einen geringen Einfluss auf die Ausbeute ausübt; anderseits sind die Ausbeuten für das Paraffinöl um rund 5 % niedriger als die für das Kerosin, was eine erste Andeutung dafür ist, dass bei hohen Viskositäten niedrigere Ausbeuten erhalten werden als bei niedrigen.

Mit dem zweiten Kern mit einer Permeabilität von  $260 \times 10^{-11} \text{ cm}^2$  wurden zwei Versuche ausgeführt, wobei Kerosin durch Wasser verdrängt wurde. Beim ersten Versuch, bei dem die Wasserfront eine Geschwindigkeit von 17.1 m/Jahr hatte, betrug die Ausbeute beim Heraustreten der ersten Wassertropfen aus dem Kern 45.5 %. Bei Fortsetzung des Versuches wurde kein Kerosin mehr produziert, so dass die Gesamtausbeute gleichfalls 45.5 % betrug. Beim zweiten Versuch (Geschwindigkeit der Wasserfront 345 m/Jahr) betrug diese Ausbeuten 50.0 bzw. 50.5 %. Daraus würde folgen, dass bei diesem Kern die Geschwindigkeit einen geringen Einfluss auf die Ausbeute hat und zwar so, dass bei höheren Geschwindigkeiten grössere Ausbeuten erhalten werden.

GEPLANTE UNTERSUCHUNG:

Mit beiden Kernen werden die Versuche bei einigen anderen Geschwindigkeiten wiederholt werden.

-----

II-A-6.

DAS AUFFINDEN EINES ERSATZMITTELS FÜR ZEMENT ZUM ABDICHTEN DER BOHRLOCHSOHLE.

Der erste Teil des Berichtes betreffend die Verwendung von Zement im Bohrloch und die Vor- und Nachteile dieser Anwendung ist fertig gekommen.

Wir haben mit dem zweiten Teil, in dem die Richtlinien zur Erforschung möglicher Ersatzmittel angegeben werden, angefangen.

-----

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.

Quebracho, das die Tonaufnahme von Barytspülungen effektiv verminderte, zeigte mit Tjepoe-Ton ein noch viel grösseres gasaufnehmendes Vermögen ("fluffiness") als mit Pontischem Ton. Es war also zu prüfen, ob auch in diesem Fall  $C_{12}$ -Alkohol die "fluffiness" beheben könnte, und weiter ob auch mit einem anderen Prozentsatz Tjepoe Ton und mit einem anderen Prozentsatz Quebracho als bis jetzt benutzt, Spülungen mit befriedigenden Eigenschaften zusammengesetzt werden könnten.

Daneben sollte geprüft werden, ob andere Stoffe als Quebracho für Lebensdauererlängerung in Betracht kämen.

ZUSAMMENFASSUNG DER UNTERSUCHUNG:

Zusatz geringer Mengen  $C_{12}$ -Alkohol (0.06 % - 0.1 %) zur Baryt-Quebracho-Tjepoe Tonspülung führte zu einer ebenso befriedigenden Erniedrigung der "fluffiness" wie bei der Pontischen Tonspülung.

Einige Versuche, wobei der Tongehalt der Tjepoe Spülungen bis auf 5 % erniedrigt wurde, wiesen nach, dass bei einem solchen niedrigen Tongehalt die Stabilität zu gering ist (zu viel "Absetzung") um noch brauchbare Spülungen zu ergeben.

Spülungen mit einem höheren Quebrachogehalt als 5 % (der Gehalt wurde allmählich auf 20 % erhöht) können im allgemeinen zu den gut brauchbaren Spülungen gerechnet werden. Zur Erläuterung lassen wir untenstehend einige der wichtigsten Eigenschaften folgen.

ZAHLENTAFEL 5.

Zusammensetzung der Spülung Ton : Tjepoe	"Topsettling" in 24 St.	Sediment- bildung	Tonaufnehmendes Vermögen	Viskosität in ° mm
10 % Ton, 10 % Quebracho und Baryt bis spez. Gew. 1.80	2 %	keine	41 %	34
10 % Ton, 15 % Quebracho und Baryt bis spez. Gew. 1.80	14 %	keine	54 %	10
10 % Ton, 20 % Quebracho und Baryt bis spez. Gew. 1.80	8 %	keine	47 %	16

Zur Prüfung ob der Rückgang des tonaufnehmenden Vermögens eine spezifische Eigenschaft des Quebrachos ist, oder aber andere Gerbstoffe eine ähnliche Wirkung haben, sind noch einige Spülungen bereitet unter Zusatz von Mangrove-Extrakt. Wie aus untenstehenden Daten ersichtlich, konnte auch dieser Gerbstoff das tonaufnehmende Vermögen in hohem Masse senken.

ZAHLENTAFEL 6.

Zusammensetzung der Spülung (Pontischer Ton)	Tonaufnehmendes Vermögen
30 % Ton, 7 % Mangrove-Extrakt und Baryt bis spez. Gew. 1.80	58.6 %
30 % Ton, 21.5 % Mangrove-Extrakt und Baryt bis spez. Gew. 1.80	11.5 %
30 % Ton, 28.5 % Mangrove-Extrakt und Baryt bis spez. Gew. 1.80	7.5 %

Während einer früheren Untersuchung hatten wir übrigens Hinweise gefunden, dass auch Holzleim und Sulfitabfallauge eine ähnliche Wirkung ausüben werden. Daraufhin wurden auch einige Spülungen bereitet, denen diese Stoffe zugesetzt wurden. Die vorläufige Ergebnisse geben den Eindruck, dass auch diese Stoffe das tonaufnehmende Vermögen wesentlich erniedrigen.

#### GERLANTE UNTERSUCHUNG:

Fortsetzung der Untersuchung der Spülungen, denen Holzleim, Sulfitabfallauge und andere Stoffe zugesetzt worden sind.

004348

- 13 -

II-A-8.

THEORETISCHE UNTERSUCHUNG NACH DER  
VISKOSITÄTS- UND THIXOTROPIE-ERNIE-  
DRIGENDEN 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 RÜCKSTÄNDEN  
MIT ANTIMONCHLORID.

1. UNTERSUCHUNGSTHEMA:

Extraktion verschiedener Grundstoffe mit Antimontrichlorid.

ZUSAMMENFASSUNG DER UNTERSUCHUNG:a) Mirasolextraktion von Irak Rückstand.

Die Mirasolextraktion von Irak Rückstand wurde in der Berichtsperiode beendet. Es wurde in vier Stufen extrahiert mit 60 Vol.%  $SbCl_3$  in Gegenstrom, bei  $80^\circ C$ . Nach Entparaffinierung und Behandlung mit Terrana wurde mit Dampf eingedickt bis zu Motoröl bzw. Luftfahrtöl.

Die vollständigen Daten sind in untenstehenden Tabellen zusammengefasst.

ZAHLENTAFEL 7.  
AUSBEUTEN UND EIGENSCHAFTEN VON GRUNDSTOFF UND PRODUKTEN.

Eigenschaften:	Grundstoff	Mira-Sol-Raffinat			
		Vor Entparaff.	Nach Entparaff.	Mit Erde behandelt	
				Motoröl	Aroöl
d 25/4	-	-	0,873	0,886 (15/4)	0,894 (15/4)
d 60/4	0,940	0,843	-	-	-
E $50^\circ C$	67,5	-	6,20 (graph. best.)	9,46	17,8
Viskositätsindex	+ 76(ber.)	-	+ 106	+ 104	+ 99
Viscosity Gravity Constant	0,921 ( $210^\circ F$ )	0,844 ( $210^\circ F$ )	0,813 ( $100^\circ F$ )	0,815 ( $100^\circ F$ )	0,813 ( $100^\circ F$ )
Conradson Carbon Test	10,0	0,49	0,48	0,45	0,57
Fließpunkt $^\circ C$	+ 8	-	10	<- 10	<- 10
Farbe Union	-	-	7-	4-	3½-
S-Gehalt, Gew.-%	-	-	-	0,70	0,76
Ausbeute, Gew.-%	100	35,3	26,1	21,8	15,4

004350

- - 15 -

## ZAHLENTAFEL 8.

## OXYDATIONSBESTÄNDIGKEIT VON MOTORÖL UND ÄROÖL

Oxydationsprobe	Motoröl	Äroöl
<u>B. &amp; M.-Probe:</u>		
<u>Viskosität bei 100° F, Poisen</u>		
vor Oxydation	-	2.29
nach Oxydation	-	2.87
Verhältnis	-	<u>1.25</u>
<u>Ramsbottom Coke Number, Gew. %</u>		
vor Oxydation	-	0.62
nach Oxydation	-	1.30
Zunahme	-	<u>0.68</u>
<u>Indiana-Probe:</u>		
Sludging time 0.1 Gew. % Schlamm	> 216 Stunden	-
" " 1 " " "	> 216 "	-
Viskositätsverhältnis bei 50° C nach 0 St.	1.00	-
Idem 50 "	1.12	-
Idem 100 "	1.30	-
Idem 150 "	1.77	-
Idem 200 "	etwa 7	-

## ZAHLENTAFEL 9.

## CONRADSON STEAM EMULSION TEST ÄROÖL

	Öl	Emulsion	Wasser
Nach 5 Minuten	nicht klar	nicht klar	2
" 10 "	98	48	4
" 20 "	100	46	4
" 40 "	100	44	6
" 60 "	100	42	8

## ZAHLENTAFEL 10.

EINIGE EIGENSCHAFTEN DES DAMPFDESTILLATES, ERHALTEN BEIM EINDICKEN DES  
ENTPARAFFINIERTEN MIR.-SOL-RAFFINATS ZU ÄROÖL

d 15/4	0.857
V <sub>K</sub> 20° C	42.5
E 20° C	5.67
Farbe Union:	1
S-Gehalt, Gew. %	0.24

Das Motor- und Äroöl besitzen vorzügliche Eigenschaften, nur die Zunahme der Viskosität des Motoröls bei der Indiana Probe ist ziemlich gross. Dies wird wohl auf eine Überraffinierung zurückzuführen sein und kann u.E. durch eine etwas weniger weit durchgeführte Extraktion leicht vermieden werden.

b) Orientierende Mirasolextraktion von Coevorden-Rückstand.

Der Rückstand (80.5 Gew.% auf Rohöl) wurde bei 80° C in 3 bzw. 4 und 5 Stufen Querstrom mit je 60 Vol.% SbCl<sub>3</sub> extrahiert. Von den erhaltenen Raffinaten wurde nur die Conradson Carbon Test bestimmt. Dieser Wert betrug für das Raffinat aus den 3, 4 und 5 Male extrahierten Grundstoff 0.82 bzw. 1.0 und 0.94. Es erweist sich also als zwecklos die Anzahl Stufen Querstrom über 3 zu steigern.

Das aus dem 5 Male extrahierten Rückstand herrührende Raffinat wurde entparaffiniert und mit 4 Gew.% Terrana bei 200° C nachbehandelt.

Hier folgen einige Eigenschaften des Ausgangsmaterials und des nachbehandelten Raffinats:

ZAHLENTAFEL II.

	80.5 %-iger Coevorden Rückstand	Endraffinat
V <sub>100° F</sub>	-	117.6
V <sub>210° F</sub>	-	13.6
Viskositätsindex	-	+ 118
Conradson Carbon Test	7.6	0.5

Eine Raffinatausbeute kann nicht mitgeteilt werden, da bei den ersten Extraktionsstufen hartnäckige Emulsionen auftraten, wodurch nur eine unvollkommene Trennung zwischen Extrakt- und Raffinatphase erhalten wurde.

Die Versuche sollen deshalb wiederholt werden mit einem 60 %-igen Coevorden Rückstand (d.i. der Grundstoff, der sehr wahrscheinlich in Pernis verarbeitet werden wird). Zur Verminderung der Emulsionsbildung wird der Rückstand in den ersten Stufen in Benzinverdünnung extrahiert werden.

c) Laboratoriumsversuche mit Antinontrichlorid als Extraktionsmittel.

In der Berichtsperiode erschien weiter eine erste zusammenfassende Übersicht (Bericht 9071) betr. die bisherigen Laboratoriumsversuche mit Antinontrichlorid als Extraktionsmittel.

## 2. UNTERSUCHUNGSTHEMA:

Senitechnische Versuche betreffend einstufige kontinuierliche Extraktion und Rückgewinnung von Antimontrichlorid.

### a) Rückgewinnung des $SbCl_3$ :

Bei der Rückgewinnung von  $SbCl_3$  durch Destillation aus Extrakt- und Raffinatphase tritt eine geringe Reaktion auf, wobei Antimon und Salzsäure entstehen. Das Mass der Zersetzung wird bestimmt durch Messung der gebildeten Salzsäuremenge, was ein guter Massstab ist wenn man nur dafür sorgt, dass das Ausgangs- $SbCl_3$  an sich ganz salzsäurefrei ist. Die entsprechenden Massnahmen wurden getroffen.

In der abgeänderten Destillationssäule wurde nunmehr die  $SbCl_3$ -Zersetzung bei Destillation der Irak Raffinatphase gemessen. Diese betrug jetzt 1.5 % (das ist 0.1 % auf Gesamt- $SbCl_3$ , eingeführt in das Extraktionssystem) gegen früher 1.43 %. Es stellte sich jedoch heraus, dass diese unerwartete Steigerung auf eine Störung während des Versuches zurückzuführen war: der untere Teil von Säule II konnte nicht abgelassen werden, während durch die Gegenwart von Ölbestandteilen, die in Siedepunkt zu wenig mit dem  $SbCl_3$  differierten, in diese zweite Säule 12 Gew. % Öl gefaten waren. Im unteren Teil dieser Säule (Temp. etwa  $140^\circ C$ ) hatte das Öl viel länger Gelegenheit mit  $SbCl_3$  zu reagieren als bei normalem Betrieb der Fall gewesen wäre. Bei analytischer Rektifizierung stellte sich heraus, dass dieses Öl bestimmt teilweise herrührte vom Spülöl, mit dem die Apparatur zur Vermeidung von Korrosionsschwierigkeiten während der Aussenbetriebsperiode nach dem vorigen Arbeitsgang durchgespült worden war, möglicherweise auch teilweise von dem Irak-Rückstand, es sei durch ungenügenden Rückfluss in Säule I, es sei durch eine geringe Spaltung während des Verfahrens.

Zur Erzielung von zuverlässigen Zersetzungswerten und zur Feststellung ob tatsächlich unter den Betriebsbedingungen Spaltung des Irak Rückstandes auftreten kann, ist der Versuch mit sorgfältig ölfrei gemachtem  $SbCl_3$  und genügend weit abdestilliertem Spülöl und Irak Öl zu wiederholen.

### b) Extraktion.

Nachdem früher bereits Extraktionsversuche ausgeführt waren mit einer Tourenzahl des Zylindermischers von 375 bzw. 330 Umdreh./Min., wobei der Prozentsatz Mitgerissenes noch zu hoch war bei befriedigenden übrigen Resultaten, wurde nunmehr eine Extraktion mit einer Tourenzahl von 275 Umdreh./Min. angestellt.

Zunächst wurde dabei mit Vergnügen festgestellt, dass die Pumpschwierigkeiten, welche in den vorigen Monaten soviel Stagnation verursachten, durch die getroffenen Massnahmen (siehe vorigen Monatsbericht) einwandfrei behoben sind.

Weiter setzte die Erniedrigung der Tourenzahl die durch die Extraktphase mitgerissene Menge bedeutend herab (nun 1.2 Vol. % Raffinat in Extrakt gegen 5.1 % bei 330 Umdreh./Min.), beeinflusste jedoch die durch die Raffinatphase mitgerissene Menge nur wenig (nun 6.4 Vol. % Extrakt in Raffinat gegen 6.8 % früher).

Versuche mit noch niedrigeren Tourenzahlen des Zylindermischers sind geplant.

c) Bereitung von  $SbCl_3$ :

Der bereits im vorigen Bericht angekündigte Versuch betr. die Bereitung von  $SbCl_3$  aus den Elementen wurde mit günstigem Erfolg ausgeführt.

Für die Verarbeitung der nunmehr zur Verfügung gekommenen Antimonmenge wird augenblicklich eine grössere, vollkommen eiserne Apparatur gebaut.

II-B-2.

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

SCHMIERÖL-RAFFINAGE DURCH PERKOLATION ÜBER BAUXIT.

1. UNTERSUCHUNGSTHEMA:

Wie bereits erörtert, stellen wir uns vor die Regenerierung des für Perkolation verwendeten Bauxits zu studieren:

- a) in einem vollständig adiabatisch verlaufenden Verfahren;
- b) in einem möglichst isothermisch verlaufenden Verfahren.

ZUSAMMENFASSUNG DER UNTERSUCHUNG:

Die Konstruktion der für diese beiden Möglichkeiten erforderlichen Apparatur macht gute Fortschritte; die Apparatur wird etwa Mitte Oktober fertig werden.

GEPLANTE UNTERSUCHUNG:

Wir verweisen hierfür auf die Pläne im vorigen Monatsbericht.

2. UNTERSUCHUNGSTHEMA:

In Erwartung der Fertigstellung der neuen Apparatur haben wir in der bestehenden kleinen Laboratoriumsapparatur noch die nachstehenden Punkte geprüft:

- a) Welcher Einfluss hat die Korngrösse des Bauxits auf das erzielte Perkolationsergebnis?
- b) Wie gross ist die noch zulässige Öldurchfuhrgeschwindigkeit?

ZUSAMMENFASSUNG DER UNTERSUCHUNG:

- a) Wir perkolierten unter den normalen Bedingungen von Temperatur (260° C) und Öldurchfuhrgeschwindigkeit (22 g/cm<sup>2</sup>.h = 0.47 kg/kg.h) ein von den leichtesten Fraktionen befreites Altschmieröl über mit Salzsäure behandeltem Bauxit.

Wir hatten nun aus einer Partie Bauxit Muster verschiedener Korngrösse entnommen, so dass das damit erzielbare Perkolationsresultat verglichen werden konnte.

Dabei stellten wir fest, dass man eine höhere Ausbeute an wenig gefärbtem Öl erhält je nachdem man eine Füllung mit feineren Teilchen benutzt. Dies könnte darauf hinweisen, dass die Adsorption der Verunreinigungen hauptsächlich an der Aussenoberfläche der porösen Teilchen stattfindet und dass eine Diffusion nach dem Innern nur in beschränkter Masse erfolgt. Andererseits scheint sogar die Aussenoberfläche nicht einmal völlig wirksam zu sein: so konnten über Bauxit von 30-40 Maschensieb rund 20 % mehr perkoliert werden als über Bauxit von 20-30 Maschensieb, während die äussere Oberfläche um etwa 40 % grösser ist; Bauxit von 50-80 Maschensieb liess etwa 53 % mehr perkolieren als Bauxit von 20-30 Maschensieb; die äussere Oberfläche ist jedoch um 180 % grösser !

Diese Umstände bringen mit sich, dass wir in der Wahl der Korngrösse ziemlich frei sind, so dass Erwägungen ganz anderer Art (Strömungswiderstand beim Regenerieren mit Luft z.B.) eventuell ausschlaggebend wären.

- b) Über den normalerweise benutzten Bauxit (60 Maschensieb) wurde unser übliches Altschmieröl bei 260° C perkoliert, wobei die Durchfuhrgeschwindigkeit nach jeder Regenerierung höher gewählt wurde. Es stellte sich heraus, dass die Geschwindigkeit unbedenklich von 22 g/cm<sup>2</sup>.h (0.47 kg/kg.h) bis auf 44 g/cm<sup>2</sup>.h (0.94 kg/kg.h) verdoppelt werden darf; wir haben jedoch den Eindruck, dass eine Verdreifachung der Durchfuhrgeschwindigkeit wohl zulässig wäre, wenn man das perkolierte Produkt ausschliesslich auf die Farbe beurteilen würde, dass jedoch die Verseifungszahl

die Grenze des Zulässigen überschreiten würde.

GEPLANTE UNTERSUCHUNG:

- a) Fortsetzung der Versuche mit verschiedener Durchfuhrgeschwindigkeit;
- b) Variierung der Länge der Bauzitsküle bei konstanter Durchfuhrgeschwindigkeit;
- c) Regenerierung des Bauzits mit einem Gemisch von Luft und Rauchgas.

-----

II-B-3.

VERBESSERUNG VON EXTRAKTIONSVERFAHREN.

UNTERSUCHUNGSTHEMA:

Vergrösserung der Absatzgeschwindigkeit von Emulsionen durch Rezirkulation einer der Phasen.

ZUSAMMENFASSUNG DER UNTERSUCHUNG:

Im Zusammenhang mit der Frage, ob die bei den Absatzversuchen mit Emulsionen erhaltenen günstigen Ergebnisse (siehe Monatsberichte 1 & 2), wobei Irak Rückstand als Grundstoff benutzt wurde, auch mit anderen Rückständen zu erzielen wären, wurden einige kleine Absatzversuche im Laboratorium mit Emulsionen aus Colon Rückstand als Grundstoff angestellt. Dieser Grundstoff wurde gewählt, weil es bekannt war, dass Colon Rückstand bei Extraktion mit 60 Vol. %  $\text{SbCl}_3$  eine sich sehr langsam absetzende Emulsion bildet.

Aus den Versuchen wurde es klar, dass die "Halbwertabsatzzeit" der gebildeten Emulsionen mehr als eine Stunde war. Bei Zusatz von Raffinatphase zum Grundstoff in solcher Weise, dass sich eine Emulsion mit etwa 45 Vol. % Extraktphase bildet, beträgt die Halbwertzeit nur 4 Sek. Die Verbesserung ist ganz erheblich. Auf Grund der erzielten Resultate lässt sich erwarten, dass als zu seiner Zeit Colon Rückstand in der semitechnischen Apparatur extrahiert werden wird, keine Schwierigkeiten beim Absetzen auftreten werden.

Es ist möglich noch kürzere Absatzzeiten zu erreichen dadurch dass man noch mehr in der Nähe des Umschlagspunktes der Emulsion arbeitet (hier 50 Vol. % Extraktphase). Gewisse Erscheinungen deuten jedoch darauf hin, dass, wenn man zu dicht beim Umschlagpunkt arbeitet, prozentual wieder einen grösseren Teil "mitgerissen" wird.

II-B-4.

KONSTITUTIONSERMITTLUNG VON MINERAL-  
ÖLEN DURCH SPEKTRALANALYSE.

Raman-Analyse.

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

II-B-5.

MESSUNG VON GAS-FLÜSSIGKEITS-  
GLEICHGEWICHTEN.

Gas-Flüssigkeitsgleichgewichte von Kohlenwasserstoff-  
Schwefeldioxyd-Gemischen.

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

II-B-6.

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

1. Der Einfluss des Rezeptes auf die Eigenschaften  
der Kalkfette: Einfluss der Viskosität des  
Mineralöls, mit dem das Fett bereitet wird.

Es wurde eine Serie Fette unter gleichen Bedingungen bereitet aus einer Palmitin-Ölsäuremischung (Jodzahl der Mischung 60) und den nachfolgenden venezolanischen Raffinaten mit steigender Viskosität, nämlich J 2, BD 2, BD 3, B 3, BF 3 und BL 3. Diese Serie Öle bestreicht ein Viskositätsgebiet von  $E_{50} = 2$  (J 2) bis 25 (BL 3).

Über die bereiteten Fette kann folgendes bemerkt werden:

- a) Aus allen Ölen können gute Fette hergestellt werden.
- b) Wenn die Viskosität des benutzten Öles höher gewählt wird, werden die Fette faseriger.

- c) Mit J 2-Öl erhält man ein weicherer Fett als mit den übrigen Ölen, die sämtlich Fette von ähnlicher Härte ergeben.
- d) Die Stabilität nimmt mit der Viskosität der benutzten Öle zu.

Ähnliche Versuche wurden mit Laurinsäure-Ölsäure-Mischungen ausgeführt. Wir haben bei derartigen Fetten - wie im vorigen Monatsbericht beschrieben - festgestellt, dass ein homogenes Fett nur dann entsteht wenn der Säuregrad des Fettes über einem bestimmten Mindestwert liegt. Es stellte sich nun heraus, dass dieser Mindestwert für den Säuregrad von der Viskosität des im Fett benutzten Öls abhängig ist. Je höher diese Viskosität, je höher der Mindestsäuregrad. Für J 2-Öl betrug dieser etwa 0.2, für BD etwa 0.6, für BD 3 etwa 1.0 %.

Die Versuche betreffend den Einfluss des Mineralöls werden fortgesetzt. Wir werden auch den Charakter des Öls variieren.

## 2. Kolloidchemische Untersuchung.

Die Messungen mit dem Plastometer werden fortgesetzt.

II-B-7.

ENTWICKELN VON ANALYSEMETHODEN FÜR KOHLENWASSERSTOFF-GEMISCHE AUS DEM SCHMIERÖLGEBIET: GRUPPENANALYSE UND STRUKTURANALYSE ZUR AUFKLÄRUNG DER CHEMISCHEN KONSTITUTION VON SCHMIERÖLEN.

## 1. Sammlung repräsentativer Erdölfractionen.

Die Hydrierungs- und Entaromatisierungsarbeiten der Erdölfractionen wurden auch im vergangenen Monat fortgesetzt. Zehn hydrierte Fractionen wurden völlig entaromatisiert durch abermalige Hydrierung mit viel Katalysator und Unterlassung der Extraktion.

Die physikalischen Konstanten dieser Fractionen werden mit den Konstanten der durch Sulfonierung entaromatisierten Fractionen verglichen werden; daraus wird folgen ob es nötig ist auch die übrigen Fractionen durch abermalige Hydrierung mit viel Katalysator zu entaromatisieren.

## 2. Exakte Gruppenanalyse der Erdölfractionen.

Anschliessend an die im vorigen Bericht erwähnten Stickstoffbestimmungen haben wir jetzt auch den Schwefelgehalt einer Anzahl nicht-hydrierter, vorhydrierter- und teilweise hydrierter Fraktionen unserer Sammlung bestimmt, wobei folgende Mittelwerte erhalten wurden:

ZAHLENTAFEL 12a.

Erdöl	Mittlerer Schwefelgehalt der Fraktionen		
	nicht-hydr.	vorhydr.	teilweise hydr.
Penna	0.07 %	0.03 %	< 0.02 %
Bilik	0.10	0.07	"
Oklahoma	0.31	0.07	"
Southern	1.76	0.29	etwa 0.05
Ta rakan	0.17	0.08	< 0.02
Miri	0.19	0.05	—

Gleich wie beim Stickstoffgehalt erweist sich die Vorhydrierung also als nicht genügend zur völligen Beseitigung des Schwefelgehaltes.

Die Berechnung des Sauerstoffgehaltes (aus der Summe von H-, C-, N- und S-Gehalt) wird erst möglich sein nach Fertigstellung der genauen C- und H-Bestimmungen.

## 3. Prüfung und Verbesserung der Waterman-Ringanalyse.

Die für diese Prüfung benötigten physikalischen Grössen stehen jetzt für fast alle Fraktionen zur Verfügung. Die Ausführung der für denselben Zweck benötigten genauen Elementaranalysen wird noch mehrere Monate in Anspruch nehmen.

## 4. Strukturanalyse der im Öl vorkommenden Kohlenwasserstoffe.

Es wird jetzt eine genaue Werkzeichnung der geplanten Apparatur für die Messung der Strömungsdoppelbrechung angefertigt. Die benötigte optische Apparatur ist in Auftrag gegeben.

Die orientierenden Messungen zur chromatographischen Analyse von Schmierölkohlenwasserstoffen über aktive Tonerde haben wenig Fortschritte gemacht, da sich verschiedene Schwierigkeiten entgegenstellten. Beim Gebrauch der  $Al_2O_3$ -Säulen traten bald Risse auf, die das Auswaschen unregelmässig machten. Dieser Umstand wurde beseitigt durch erneute Füllung der Säulen mit in Cyclohexan aufgeschlämtem  $Al_2O_3$ . Zweitens wiesen die Blindversuche aus, dass bei Auswaschen der Säulen mit Cyclohexan und nachheriger Verdampfung der Filtrate stets

ein merklicher Rest zurückblieb. Als Ursache wurde eine wenig flüchtige Verunreinigung im gebrauchten Cyclohexan gefunden, die wir in Zukunft durch vorangehende Rektifikation des Cyclohexans beseitigen werden.

Wir fingen an uns über den Wert der spezifischen Dispersion

$$\left( \frac{n_F - n_C}{d} \times 10^4 \right)$$

als Hilfsmittel bei der Strukturanalyse zu orientieren, und bestimmten dazu diese physikalische Grösse für eine Anzahl teilweise hydrierter und völlig hydrierter und entaromatisierter Fraktionen unserer Erdölsammlung bei 20° und in vielen Fällen auch bei 70° C. Innerhalb dieser Temperaturstrecke änderte sich die Dispersion um etwa 0.5 bis 0.9 x 10<sup>-5</sup> pro ° C; die spezifische Dispersion war innerhalb der Messgenauigkeit temperaturunabhängig. Für die spezifische Dispersion der völlig entaromatisierten Fraktionen fanden wir 96 bis 97, während bisher als Kennzeichen für völlige Entaromatisierung im allgemeinen eine spezifische Dispersion von 98 bis 100 angenommen wurde. Unseres Erachtens ist die spez. Dispersion kein scharfes Kennzeichen für völlige Entaromatisierung. Wir haben die Absicht, zu prüfen ob die spezifische Refraktion aromathaltiger Fraktionen einen Anhaltspunkt geben kann über die Struktur der vorhandenen Aromate, wie dies von Deanosly & Carleton (Emeryville Bericht S 7208) behauptet wird.

-----

II-B-8.

VORHERSAGUNG ÜBER DIE SPALTEIGNUNG  
VON MINERALÖLEN AUF GRUND GEWISSE  
PHYSIKALISCHER KONSTANTEN.

Anschliessend an die in vorigen Bericht erwähnte Untersuchung betreffend den Zusammenhang zwischen "Kennziffer" und Viskosität von etwa 50 Erdölfractionen studierten wir jetzt den Zusammenhang zwischen:

- a) Kennziffer und Viskositätsindex (V.I.);
- b) " " Viskosität-Dichte-Konstante;
- c) " , mittlerem Siedepunkt und Anilinpunkt;
- d) Mittlerem Siedepunkt, spezifischen Gewicht und Molekulargewicht.

Es ergab sich, dass die Kennziffer ziemlich genau (als Regel innerhalb ± 0.2 Einheiten) aus der Viskosität und ebenso aus der Viskosität-Dichte-Konstante abgeleitet werden konnte; die Ableitung aus dem Anilinpunkt (maximale Entmischungstemperatur mit Anilin) war etwas weniger genau, während die Ableitung aus dem Viskositätsindex mehrmals Abweichungen von ± 0.4 bis ± 0.5 lieferte, also als unbefriedigend angesehen werden musste.

Auch die Ableitung vom Molekulargewicht aus Siedepunkt und spezifischem Gewicht ergab ziemlich ungenaue Resultate: es wurden Abweichungen bis  $\pm 10\%$  gefunden.

Die experimentelle Arbeit über die Zusammenhänge zwischen Kennziffer und anderen physikalischen Grössen von Erdölfraktionen ist jetzt beendet, mit Ausnahme von einem Punkt, dem Zusammenhang zwischen Kennziffer, Siedepunkt und Wasserstoffgehalt.

II-B-9.

VERBESSERUNG VON PHYSIKALISCHEN  
TRENNUNGSMETHODEN FÜR KOHLEN-  
WASSERSTOFFE AUS DEM BENZINGEBIET.

Wegen Erkrankung des betreffenden Akademikers muss der Bericht über diesen Abschnitt auf nächsten Monat verschoben werden.

II-B-10.

ERHÖHUNG DES KLOPFWERTES VON  
KRAFTSTOFFEN DURCH ISOMERISATION  
UND DEHYDRIERUNG.

1. UNTERSUCHUNGSTHEMA:

Katalytische Entschwefelung von Benzinen.

Behufs des Einreichens einer Patentanmeldung haben wir untersucht ob wir mit unserem Alkali-auf-Norit Katalysator eine spezifische Kombination gefunden haben, oder aber dass auch andere Träger eine derartige Wirkung ausüben.

ZUSAMMENFASSUNG DER UNTERSUCHUNG:

Es zeigte sich an erster Stelle, dass Norit gesondert zwar eine entschwefelende Wirkung ausübte, doch dass der Effekt durch Zusatz von Alkali zum Norit erheblich verstärkt wird.

So wurde der Schwefelgehalt von Irakbenzin von 0.10 % unter bestimmten Reaktionsbedingungen (350° C, 0.2 kg/L.) über Norit auf 0.06 % S, über Norit + 10 % KOH jedoch auf 0.03 % S reduziert.

An zweiter Stelle zeigte es sich, dass auch die Menge Alkali von Wichtigkeit ist. Obgleich mit Norit + 10 % KOH, Norit + 20 % KOH und Norit + 30 % KOH bei 375° C und einem Durchsatz von 0.2 kg/l.h. anfänglich

immer eine weitgehende Entschwefelung (von 0.10 Gew. % auf 0.026, bzw. 0.004 und 0.002 %) erreicht wurde, stellte es sich heraus, dass auch alkali-reichere Präparate auf die Dauer eine weitgehende Entschwefelung gewährleisten (nach 36-stündigen, kontinuierlichen Versuch 0.051 bzw. 0.032 und 0.014 % S im Produkt), so dass die Verwendung von Norit + 30 % KOH aus diesem Grunde zu bevorzugen wäre. Wir haben jedoch noch nicht nachgeprüft, ob auch bei diesen höheren Konzentrationen völlige Regeneration möglich sei.

Des weitern haben wir statt des KOH-Zusatzes auch den Zusatz von  $\text{Na}_2\text{CO}_3$  und von  $\text{Ca}(\text{OH})_2$  ausprobiert. Das  $\text{Na}_2\text{CO}_3$  übte nahezu denselben Effekt aus als KOH, während mit  $\text{Ca}(\text{OH})_2$  nur eine weniger schöne Entschwefelung bewerkstelligt werden konnte.

Schliesslich wurde der Träger noch variiert und wurde die Wirkung von Bimsstein + 10 % KOH und von Terrana + 10 % KOH untersucht. Diese Kombinationen verursachten jedoch beide nur eine sehr geringfügige Reduktion des Schwefelgehaltes.

#### GEPLANTE UNTERSUCHUNG:

Wir beabsichtigen nun noch nachzuprüfen, ob dieser Katalysator auch für die Entschwefelung von Gasen verwendet werden könne.

#### 2. UNTERSUCHUNGSTHEMA:

Semitechnischer Dauerversuch mit dem Amsterdamer Hydroformkatalysator.

Wie bereits mitgeteilt, verfügen wir jetzt über eine Methode zur Herstellung, aus Ammoniumbichromat (die einige Chromverbindung über die wir in genügender Menge verfügen können), von Chromnitrat, das sich zur Bereitung unseres Reformkatalysators eignet. Demzufolge können wir jetzt endlich die für einen semitechnischen Dauerversuch benötigte Katalysatormenge in der erwünschten Qualität herstellen.

#### ZUSAMMENFASSUNG DER UNTERSUCHUNG:

In der beschriebenen Weise (Reduktion mit Formalin) haben wir eine grössere Menge Ammoniumbichromat reduziert, und mit dem erhaltenen Chromnitrat eine Katalysatormenge für Versuche in semitechnischem Massstab bereitet.

Nachdem dieser Katalysator in der Laboratoriumsapparatur geprüft worden war - wobei seine Aktivität und Thermostabilität sich als sehr befriedigend gestalteten - wurde er in unsere semitechnische Hydroformapparatur gebracht und einer Reformbehandlung unterzogen.

GEPLANTE UNTERSUCHUNG:

Es ist nun unsere Absicht mit dieser Charge nachzuprüfen, wie lange und mit welchem Erfolg sie für das Hydroformen von schwerem Irakbenzin verwendet werden kann. Dabei wird fortwährend unter denselben, günstig gewählten Bedingungen "reformed" werden, während nach jeder 24-stündigen Anfertigungsperiode eine Regenerationsperiode folgen wird, deren Dauer noch aus den Versuchsdaten hervortreten muss (etwa 15 Stunden).

Die Ergebnisse werden eine bessere Beurteilung unseres Hydroformverfahrens ermöglichen und werden - da der benutzte Grundstoff etwa 0.1 % S enthält - zugleich nähere Daten über Schwefelempfindlichkeit unseres Katalysators ergeben.

3. UNTERSUCHUNGSTHEMA:

Bestimmung der Schwefelempfindlichkeit des Amsterdamer Hydroformkatalysators.

Unsere Entschwefelungsuntersuchung (1<sup>o</sup> Untersuchungsthema) wurde angestellt, da wir den Eindruck hatten, dass unser Katalysator in ziemlich starken Masse schwefelempfindlich sei.

ZUSAMMENFASSUNG DER UNTERSUCHUNG:

Zur Aufklärung dieses Punktes wurden nun eine Anzahl Laboratoriumversuche angestellt, wobei während geraumer Zeit ein schwefelhaltiges Benzin (Irak S.R. Benzin mit 0.1 % S), bzw. dasselbe Benzin nach katalytische Entfernung des Schwefels (bis auf 0.005 % S entschwefeltes Irak S.R. Benzin) der Hydroformbehandlung unterzogen. Vor und nach dieser Versuchsreihe wurde die Aktivität des Katalysators mit einem schwefelfreien Grundstoff (Lagunillas Benzin) nach der Standardmethode bestimmt.

Es zeigte sich nun, dass - für beide Versuchsreihen ausgehend von einer frischen, von demselben Vorrat herrührenden Katalysatormenge - nach 217 Betriebsstunden mit schwefelhaltigem Grundstoff die Aktivität sich um etwa 10 % niedriger stellte als nach 251 Betriebsstunden mit entschwefeltem Grundstoff.

Obgleich sich dadurch die Schwefelempfindlichkeit bestätigt hat, möchten wir hinsichtlich des absoluten Wertes dieser Aktivitätsabsetzung noch keine Schlussfolgerungen ziehen, da der verwendete Katalysator wohl gut aktiv, aber sehr wenig thermostabil war, so dass auch mit dem schwefelfreien Grundstoff noch ein gut messbarer Rückgang in Aktivität auftrat.

GEPLANTE UNTERSUCHUNG:

Da es uns nun inzwischen gelungen ist gutes Chromnitrat - und demzufolge einen allen Anforderungen entsprechenden Katalysator - zu bereiten, werden wir mit demselben Irak-Benzin eine Versuchsreihe in semi-technischem Maszstab anstellen, die dann nicht nur Daten über die zu erreichenden Umsetzungszahlen, Regenerationszeiten u.dgl. ergeben, sondern uns auch einen Eindruck über die Lebensdauer des Katalysators mit diesem Grundstoff verschaffen werden.

-----

II-B-11.

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

1. UNTERSUCHUNGSTHEMA:

Entwicklung einer Apparatur, mit derer Hilfe die Viskosität von Gasen, Dämpfen und ihren Gemischen bei verschiedenen Temperaturen experimentell bestimmt werden kann. Mit Hilfe des damit festzusetzenden Temperaturskoeffizienten kann darauf auch die Viskosität bei höheren, ausserhalb des Messbereichs der Apparatur liegenden Temperaturen berechnet werden.

ZUSAMMENFASSUNG DER UNTERSUCHUNG:

Beim Entwurf einer semitechnischen Anlage für die katalytische Gasphase-Oxydation von Kohlenwasserstoffen erhob sich naturgemäss die Frage wie gross in den betreffenden, mit einem Katalysator auf Bimssteinkörnern gefüllten Reaktorrohren der Strömungswiderstand der Gase und der Wärmeübertragungskoeffizient zwischen Gasen und Wand sein würde.

Beide Grössen lassen sich (nach Chilton & Colburn) berechnen, wenn man einige physikalische Grössen sowie die Strömungslage des Gases (letztere bestimmt durch die Reynoldozahl) kennt.

Die Reynoldozahl lässt sich berechnen wenn, ausser der Stromgeschwindigkeit und dem Durchmesser der Bimssteinkörner, auch Viskosität und Dichte des Gases unter den Arbeitsbedingungen bekannt sind.

Wir massen nun die Viskosität verschiedener Toluol-Luftgemische bei Temperaturen von 125 - 225° C und konnten daraus die Viskosität bei der Arbeitstemperatur von 450 - 600° C mit genügender Genauigkeit schätzen.

Darauf konnten wir den Strömungswiderstand und den Wärmeübertragungskoeffizienten berechnen und benutzten diese Werte für den weiteren Entwurf.

### GEPLANTE UNTERSUCHUNG:

Es kommt uns vor, dass wir nunmehr über einen gut funktionierenden Messapparat verfügen, der weiter nach Bedarf angewandt werden kann.

Für eine ausführliche Beschreibung sei verwiesen auf:

Bericht Nr. 9044 H. Verachoor:

Ontwikkeling van een apparatuur en methodiek ter bepaling van de viscositeit van gassen, dampen en hun mengsels.

Entwicklung einer Apparatur und Methodik zur Bestimmung der Viskosität von Gasen, Dämpfen und ihren Gemischen.

Bericht Nr. 9072 J. J. B. v. Eyk v. Voorthuyzen:

Meting van een aantal hoofdgegevens, van belang voor de constructie van een reactor voor de oxydatieve omzetting van toluen in benzaldehyde.

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

### 2. UNTERSUCHUNGSTHEMA:

Bei vielen exothermen katalytischen Umsetzungen tritt die Reaktion als eine zónäre auf, d.h. es entwickelt sich im Katalysator eine schmale aber hohe Temperaturpike. Man fragt sich nun einerseits ob durch eine gute Wärmeabfuhr nach der Wand derartige Piken nicht vermieden werden können, was vielleicht eine grössere Lebensdauer des Katalysators zur Folge haben würde, andererseits erscheint es für die Vergrößerungslehre von viel Belang, festzustellen wie die ganze "Wärmewirtschaft" und der Verlauf der chemischen Umsetzung aussehen wenn man nicht nur die Hochtemperaturzöne sondern die ganze Katalysatormasse betrachtet.

### ZUSAMMENFASSUNG DER UNTERSUCHUNG:

Indem wir nun an einem kleinen Probereaktor, in dem Methanol zu Formaldehyd umgesetzt wurde, sowohl die Temperatur im Herz des Katalysators wie die an der Aussenwand als Funktion der längs der Achse des Rohres gemessenen Koordinate massen, konnten wir die gesamte Wärmeabgabe - welche der aus den chemischen Umsetzungen berechneten Reaktionswärme entsprach - berechnen und eine Schätzung der Wärmeentwicklung von Durchschnitt zu Durchschnitt machen.

Diese Daten erregen den Eindruck, dass die Reaktion sich so verhält, dass zu Anfang der Katalyse starke Oxydation und später mehr Dehydrierung auftritt.

Durch Selektieren einer Serie bei steigenden Temperaturen schmelzender Stoffe verfügen wir über ein Hilfsmittel zur befriedigenden Bestimmung der Temperatur einer Reaktionsrohrwand.

#### GEPLANTE UNTERSUCHUNG:

Zur Präzisierung des vermuteten Bildes sind drei Sorten Versuche erforderlich:

- a) die Messung der Innen- und Aussentemperaturen soll vor und hinter der Katalysatorfüllung fortgesetzt werden, zur Feststellung ob dort noch der Umgebung wesentliche Wärmemengen abgegeben werden.
- b) nach Analogie von in der Literatur beschriebenen Messungen an der Oxydation von  $\text{SO}_2$  zu  $\text{SO}_3$  sollen Muster der Gase aus dem Reaktionsraum entnommen werden, um den vermuteten Reaktionsverlauf auch auf dem Wege der chemischen Analyse zu kontrollieren. Dies könnte vielleicht ziemlich einfach erfolgen durch Anschweissen eines Ansatzröhrchens an die bestehende Quarzröhre; wenn man den Silbergebekatalysator immer eine andere Stelle in bezug auf dieses Röhrchen gibt, kann man dadurch Muster der Reaktionsgase entnehmen.
- c) Wenn man das Reaktionsrohr in ein Bad konstanter Temperatur stellt, wofür in diesem Fall hochendes "Dowtherm" sehr geeignet ist, kann unter Bedingungen gearbeitet werden, die auch in der Technik häufig vorkommen, während eine gute Wärmeübertragung aus dem Reaktionsraum gesichert ist. Die Temperatur zu Anfang der Katalyse kann dann niedriger, die zu Ende höher eingehalten werden als bei der nun gefolgten frei strahlenden Aufstellung der Fall ist. Eine Apparatur für diese Art Experimente ist in Bestellung.

## II-B-12. . . . . PHYSIKALISCH-CHEMISCHE UNTERSUCHUNGEN ÜBER KATALYSE UND KATALYSATOREN.

### 1. UNTERSUCHUNGSTHEMA:

Messung der Oberfläche von Kupfer-Magnesiumoxyd-Katalysatoren.

### ZUSAMMENFASSUNG DER UNTERSUCHUNG:

Es wurden einige weitere Messungen ausgeführt, die aber noch nicht abgeschlossen sind und über welche wir später berichten werden. Hauptsächlich wurde während der Berichtsperiode an Adsorptionsmessungen bei höherer Temperatur (4<sup>es</sup> Untersuchungsthema) gearbeitet.

## 2. UNTERSUCHUNGSTHEMA:

Bestimmung der katalytischen Aktivität von Katalysatoren für die Hydrierung von Olefinen.

### ZUSAMMENFASSUNG DER UNTERSUCHUNG:

Wir untersuchten die Hydrierung von n.Penten, n.Hexen, n.Hepten-1, n.Okten und Ceten am Cu-MgO (1 : 5) Kontakt im Autoklaven wobei mit 100 Atü Wasserstoff Anfangsdruck gearbeitet und in einer halben Stunde allmählich bis zu etwa 250° C erwärmt wurde. Eine deutliche Abnahme des Druckes während der Erwärmung (wie z.B. bei Anwendung von Ni-Kontakten oft auftritt) wurde nicht konstatiert. Die Hydrierung verläuft jedenfalls sehr langsam, auch unter diesem hohen Wasserstoffdruck. Das geht auch klar hervor aus der Tatsache, dass die Produkte, welche nach dem Abkühlen dem Autoklav entnommen wurden, noch merkliche Bromzahlen zeigen. So z.B. im Falle des Hydrierungsproduktes des n.Hexens 19 und des n.Hepten-1 12.

Wir gingen noch nach ob die offensichtlich langsame Hydrierung eines höheren Olefins (Hexen) sich vielleicht durch die Anwesenheit eines schneller reagierenden niedrigen Olefins (Buten) induzieren liesse. Dies war nicht der Fall.

Man könnte nur die Ursache des Verhaltens höherer Olefine so zu erklären suchen, dass man annehme die Oberfläche des mit Magnesiumoxyd bedeckten Kupfers wäre für grössere Moleküle weit schwieriger zugänglich als für kleine, leichte Moleküle. Um diese Hypothese zu prüfen machten wir noch einige Hydrierversuche an einem Kontakt worin das Mol.Verhältnis Cu : MgO gleich 5 : 1 gewählt war und also viel weniger MgO anwesend war. Die Reaktion verlief jedoch auch hier nicht schnell und die Reaktionsprodukte waren nicht vollkommen gesättigt. Die Ursache der Anomalie soll also eine andere sein.

Wir haben nicht die Absicht das Problem jetzt weiter in Einzelheiten zu studieren, müssen aber dann eine andere Reaktion zur Prüfung der Aktivität unserer Kontakte wählen. Wir haben dabei gedacht an der Hydrierung von Methyläthylketon zum sekundären Butylalkohol und an der umgekehrten Reaktion, der Dehydrierung des sek. Butylalkohols zum Keton.

Ausgangssubstanzen für diese Untersuchung wurden hergestellt durch sorgfältiges Rektifizieren der käuflichen Produkte; weiter wurde ein Apparat für die Katalyseversuche zusammengestellt.

GEPLANTE WEITERE UNTERSUCHUNG:

Ausprobieren des obengenannten Apparates.  
Prüfung der Aktivität der Kontakte.

3. UNTERSUCHUNGSTHEMA:

Die röntgenographische Untersuchung der Kupfer-Magnesiumoxyd-Katalysatoren.

ZUSAMMENFASSUNG DER UNTERSUCHUNG:

Das Anfertigen und Vermessen von Aufnahmen wurde fortgesetzt. Bei der Deutung der Diagramme der einzelnen Hydroxydkomponenten sind wir auf Schwierigkeiten gestossen. Es scheint nicht ausgeschlossen, dass die Präparate, welche reines  $\text{Cu}(\text{OH})_2$  sein sollten, noch basische Cu-Salze enthalten. Mit der Lösung dieser Fragen sind wir eingehend beschäftigt, insbesondere da die Anwesenheit von Säureresten grossen Einfluss auf die Aktivität der Katalysatoren ausüben kann.

4. UNTERSUCHUNGSTHEMA:

Adsorptionsmessungen bei höheren Temperaturen an Kupfer-Magnesiumoxyd-Katalysatoren.

ZUSAMMENFASSUNG DER UNTERSUCHUNG:

Viele Hydrierungskatalysatoren zeigen im Temperaturbereich, wo sie gewöhnlich "arbeiten" ein merkwürdiges Verhalten in ihrer Wasserstoffadsorption. Bei Betrachtung der Isobaren findet man nämlich dass bei steigender Temperatur die adsorbierte Menge nicht monoton abnimmt, sondern in einem bestimmten Intervall zunimmt um erst später wieder zu fallen. Diese Erscheinung nennt man mit H.S.Taylor "aktivierte Adsorption". Es schien uns interessant zu untersuchen inwiefern unsere Katalysatoren diese Erscheinung zeigten und ob man irgendwelche Beziehungen zwischen Aktivität, Zusammensetzung und aktivierter Adsorption ausfindig machen könnte.

Es wurde nun ein Apparat gebaut, der besonders dazu eingerichtet war Isobaren aufzunehmen. Eine Beschreibung in Einzelheiten ist im Rahmen dieses Berichtes natürlich nicht möglich; wir möchten nur andeuten, dass mittels eines Quecksilbermanometers, versehen mit elektrischen Kontakten, die ihrerseits die Gaszufuhr zum Adsorptionsraum kommandieren, der Druck im Adsorptionsraum während der Bestimmung konstant gehalten wird. Der Apparat wurde geeicht und vorläufig geprüft, wobei keine Schwierigkeiten oder Fehler ans Licht kamen.

GEPLANTE WEITERE UNTERSUCHUNG:

Messung von Wasserstoffisobaren an einige Kupfer-Magnesiumoxyd-Katalysatoren.

II-B-13.

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

Während der Bearbeitung des Schlussberichtes stellte es sich als wünschenswert heraus noch einige Zahlen zur Ermittlung der photochemischen Ausbeute der HBr-Addition zu Allylchlorid zu bestimmen. Dazu müsste zunächst bestimmt werden welcher Prozentsatz der insgesamt emittierten ultravioletten Strahlung in die als Reaktionsgefäss benutzte Quarzküvette gerät; daneben war zu bestimmen wie gross die Absorption in der Küvette war.

Dabei ergab sich, dass die Quantenausbeute dieser Reaktion ausserordentlich hoch ist, nämlich in der Ordnung von 1.000.000-addierten Molekülen pro eingestrahlttes ultraviolettes Quantum. Mit einer Lampe vom üblichen Typus wären also während seiner Lebensdauer etwa 6000 Tonnen 1-Chlor-3-Brompropan zu bereiten.

Der Schlussbericht wird nunmehr vollendet.

II-B-14.

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

Die fundamentelle Untersuchung auf dem Gebiet der induzierten Kettenreaktionen wurde fortgesetzt mit der Suche nach einem Kettenanregor, der eine bessere Wirkung hat als das im vorigen Bericht besprochene Bleitetraäthyl. Dazu wurden bis jetzt etwa fünfzig Verbindungen hergestellt, wovon bekannt ist oder erwartet wird, dass sie bei Erwärmung freie Radikale abspalten.

Unsere Wahl fiel auf einige Azo- und Diazverbindungen, Nitroverbindungen, Metallalkyle und die "klassischen" Radikalbildner wie Tetraphenylhydrazin und Tetraphenylbernsteinsäuredinitril.

Zur Prüfung dieser Stoffe auf ihre induzierende Wirkung wurden Polymerisationsversuche mit Propen ausgeführt. Diese erfolgten in einem 1 Liter-Drehautoklav mit einer Füllung von etwa 250 g reinem Propen, dem vorher etwa 1 g des zu prüfenden Stoffes zugesetzt worden war. Wir arbeiteten bei einer Reaktionstemperatur von 300° C und einem Druck von etwa 250 atm. Die Erwärmungsdauer (bis höchstens  $3\frac{1}{2}$  Stunden) wurde im allgemeinen derart gewählt, dass die infolge der induzierenden Wirkung des Anregers auftretende Drucksenkung zu Ende war. Von der Menge gebildeten Polymerisationsproduktes wurde, bevor die Anregerausbeute (siehe dafür den vorigen Bericht) berechnet wurde, die Menge Polymer, die bei der thermischen Polymerisation unter den gleichen Reaktionsbedingungen entsteht, in Abzug gebracht.

Die Stoffe mit einer höheren Anregerausbeute als 40 haben wir in untenstehender Tabelle zusammengefasst. In dieser Tabelle ist auch eine Spaltung aufgenommen, in der die Anzahl Radikale, die bei der Zersetzung des Anregers aus 1 Molekül zu entstehen angenommen wird, erwähnt wird.

ZAHLENTAFEL 15.

Anreger	Radikal/Molekül	Anreger-ausbeute
Bleitetramethyl	4	45
Azoäthan	1	117
Azopropan	1	79
Diazoaminobenzol	2	64
Diazoamino-p-Toluol	2	71
Benzoldiazodimethylemid	2	50
Nitromethan	1	46
Nitroäthan	1	114
Isonitropropan	1	98
Nitropropan	1	58
Nitroform	1	42
Dibromnitromethan	1	51
Acetoximethyläther	1	54

Bei der Beurteilung dieser Daten soll man berücksichtigen, dass es sehr gut möglich ist, dass bei anderen Reaktionstemperaturen und -drücken die Anregerausbeute wesentlich von der oben erwähnten abweichen kann.

Wir stellen uns deshalb vor von einigen der besten Anreger auch den Einfluss der Temperatur auf die Anregerausbeute zu prüfen, während wir auch die Beeinflussung der Anregerausbeute durch Verunreinigungen feststellen werden.

II-B-15.

UNTERSUCHUNG NACH DER KORROSIVEN  
WIRKUNG VON ERDÖLNAPHTHENSÄUREN AUF  
METALLE.

UNTERSUCHUNGSTHEMA:

Untersuchung der korrosiven Wirkung von Naphthensäure auf Aluminium und auf Silumin, V 1 M- und V 5 M-Stahl.

ZUSAMMENFASSUNG DER UNTERSUCHUNG:

Wir studierten die korrosive Wirkung, indem wir die obenerwähnten Materialien in ein Öl mit Säurezahl 10 bei 300° C oder in die unverdünnten Naphthensäuren (Säurezahl 160 - 200) stellten.

Aus den Resultaten geht hervor, dass Aluminium durch Lösungen mit der Säurezahl 10 nicht angegriffen wird.

Die Untersuchung der Legierungen Silumin (Al mit 12 - 13.5 % Si), V 1 M (Chromnickelstahl mit 0.20 % C, 1.8 % Ni, 17.8 % Cr) und V 5 M (Chromnickelstahl mit 0.20 % C, 0.5 % Ni, 14 % Cr) hat bis jetzt nachgewiesen, dass Silumin jedenfalls in einer Lösung mit Säurezahl 10 stärker angegriffen wird als das nichtlegierte Aluminium. Der V 1 M-Stahl war weiter in einer solchen Lösung nicht angegriffen, dagegen wohl in den unverdünnten Naphthensäuren. Der V 5 M-Stahl wurde bereits in der Lösung mit Säurezahl 10 angegriffen.

GEPLANTE UNTERSUCHUNG:

Untersuchung der Korrosionsprodukte (Bestimmung Gehalt an  $Al_2O_3$  und Al-naphtenate) von Al und Silumin zur Sammlung quantitativer Daten betreffend den Verlauf der Korrosion mit der Zeit.

II-B-16.

GASANALYSE DURCH DESORPTION.

Das Ergebnis unserer in den vorigen Berichten beschriebenen Untersuchungen war, dass die Trennung von Propan und Isobutan bei Atmosphärendruck mittels Desorption nicht auf eine für schnelle Analyse annehmbare Weise ausgeführt werden konnte. Wir entschlossen uns darum Versuche auszuführen zur Trennung bei sehr niedrigem Druck, und erhielten bei einigen orientierenden Messungen in der zur Verfügung stehenden Apparatur Resultate, die eine eingehendere Untersuchung der Trennung bei niedrigem Druck, sowohl durch Verdampfung als durch

Description, in einer speziell dazu gebauten Apparatur wünschenswert machten.

Diese neue Apparatur ist im vergangenen Monat fertiggestellt worden. Sie besteht im wesentlichen aus folgenden Teilen:

- a) Einrichtung zum Hineinbringen kleiner Gasmuster;
- b) erstem Kondensationsrohr;
- c) zweitem Kondensationsrohr oder Adsorptionsrohr, umgeben durch eine spezielle Temperaturreguliervorrichtung;
- d) erster Quecksilberdiffusionspumpe;
- e) McLeod-Manometer mit Gasballon für Druckmessung zwischen 0.001 und 0.2 mm;
- f) zweiter Quecksilberdiffusionspumpe;
- g) McLeod-Manometer mit Gasballon für Druckmessung zwischen 0.01 und 2 mm;
- h) drittem Kondensationsrohr mit aktiver Kohle;
- i) Vorvakuumölpumpe.

In den Verbindungen zwischen diesen Teilen befinden sich U-förmige Quecksilberschlüsse; nur zwischen g und h und zwischen h und i befinden sich Glashähne.

Die Temperaturreguliervorrichtung um c herum hat den Zweck zwischen Ober- und Unterseite des Rohres ein beherrschbares Temperaturgefälle einstellen zu können, und die mittlere Temperatur des Ganzen langsam und regelmässig steigern zu können.

Für d und f wurden anfänglich Leybold-Metallpumpen angewandt; sie wurden aber bald durch Pumpen aus Pyrexglas ersetzt, weil die Schliffverbindungen der Metallpumpen stets Undichtigkeiten verursachten.

Wir experimentieren jetzt noch mit der richtigen Einstellung der Temperaturreguliervorrichtung um c herum; nächsten Monat hoffen wir Messresultate geben zu können.

II-B-17.

BEREITUNG VON STRASSENBAU-  
BITUMINA AUS PARAFFINHAL-  
TIGEN BITUMINA.

In der Berichtsperiode war die Abteilung wo die mechanischen Eigenschaften der paraffinhaltigen Strassenbaumischungen untersucht werden, zum grössten Teil mit der Untersuchung II-C-5 beschäftigt, weshalb Berichterstattung über obengenanntes Thema aufgeschoben wird.

-----

II-B-18.

HERSTELLUNG VON GASÖLEN AUS  
SCHWEFELREICHEN PARAFFINISCHEN  
ROHÖLEN DURCH DRUCKHYDRIERUNG.

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

-----

II-B-19.

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

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

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

=====

II-C-1.        I D E N T I F I Z I E R U N G   V O N   V E R S C H M U T Z U N G S -  
 P R O D U K T E N   I N   V E R B R E N N U N G S M O T O R E N .

In vorigen Berichten haben wir dargelegt, dass Schmieröl in Verbrennungsmotoren neben Oxydationsschlamm auch sauerstoffreichere Produkte, die wir als Lacke bezeichnen, bilden kann. Zur Orientierung wiederholen wir, dass Oxydationsschlamm einen niedrigen Sauerstoffgehalt hat (bis etwa 10 %) und in der Flüssigkeit entsteht, während der viel Sauerstoff enthaltende Lack wahrscheinlich mehr ein Gasphase-Oxydationsprodukt ist; die Produkte sind sehr verschieden in Löslichkeit und in Säure- und Verseifungszahl.

Im Benzinmotor (Kraftwagenmotor) fanden wir sowohl bei einem Probemotor wie bei einem Kraftwagen, dass das Verhältnis dieser beiden Produkte nahezu 1 : 1 ist und es ist wahrscheinlich (siehe Monatsbericht Nr. 1, April 1945, Seite 40), dass beide Oxydationsprodukte vom Schmieröl herrühren.

Im Dieselmotor wird dieses Verhältnis stark in der Richtung des Lackes verschoben, da das Gasöl, insoweit es unvollständig verbrennt, gleichfalls Lack bildet. Die Frage kam nun auf, ob auch die Vergrößerung dieses Verhältnisses im Dieselmotorlack doch nicht zum Teil auf das Schmieröl zurückzuführen wäre.

Ein Mittel zur Beantwortung dieser Frage wäre die Verwendung von Wasserstoff als Brennstoff, was beim Diesel naturgenäss nicht möglich ist. Es erübrigt dann nur noch, den Dieselmotor mit elektrischem Antrieb und ohne Brennstoff laufen zu lassen, obwohl dabei die Bedingungen selbstverständlich wohl von denen bei normalem Betrieb abweichen!

Dieser Versuch wurde mit einem oxydationsempfindlichen Öl, nämlich Borneo Öl, im C.F.R. Dieselmotor ausgeführt, wobei zur Steigerung der Temperatur die Einsaugeluft auf 150° erwärmt wurde. Nach 48 Stunden war der Schlammgehalt des Öls 0.33 %. Die Analyse dieses Schlammes ergab folgendes Resultat:

Unlöslich	70.1 % )	
Säuren von lackartigem Charakter	4.3 % )	insgesamt 76.7 % Lack
Neutraler Stoff von lackartigem Charakter	2.25 % )	
Säure von schlammartigem Charakter	0.4 % )	
Neutraler Stoff von schlammartigem Char.	2.6 % )	insgesamt 3.0 % Oxydations- schlamm
Öl	3.4 %	
Anorganischer Stoff	15.6 %	

Der unlösliche Teil hatte einen Sauerstoffgehalt von 22.5 % und ist als lackartigen Bestandteil zu bezeichnen. Wir sehen also, dass der weitaus grösste Teil dieses Schlammes Lack ist und die Frage, ob ausser dem Brennstoff auch das Schmieröl im Dieselmotor zur Lackbildung beitrage, ist bejahend zu beantworten. Man kann jedoch nicht sagen in welcher Masse dies der Fall ist, da, wie oben gesagt, die Bedingungen bei dieser Probe wesentlich von denen bei einem normal mit Brennstoff laufenden Dieselmotor abweichen.

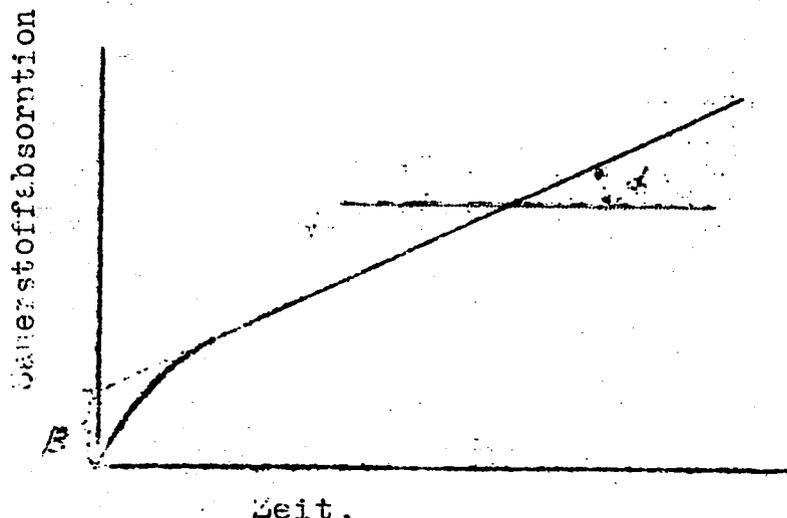
II-C-2.

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

##### Studium der Kinetik des Oxydationsprozesses.

Von venezolanischen Raffinat (BE 3) wurde nunmehr bis 250° C die Reaktionskonstante der Oxydationsgeschwindigkeit gemessen. (Siehe Monatsbericht Nr. 1, Seite 40 und Nr. 3, Seite 38).

Unter und bei 150° C war dies möglich, wie im Monatsbericht Nr. 1 erwähnt, indem man das Öl nach Evakuieren Sauerstoff aufnehmen lässt und den Verlauf der Sauerstoffabsorption mit der Zeit misst. So erhält man eine Kurve von nahezu folgender Form:



Der erste krumme Teil der Kurve stellt den Verlauf dar während der Periode, in der die Sauerstoffaufnahme sowohl durch das Erreichen des Niveaus der Sauerstoffkonzentration in ganzen Ölmuster, wie durch die beginnende Oxydation verursacht wird. Diese Periode ist beendet sobald die Sauerstoffkonzentration in Öl der zu der Temperatur und der Rührgeschwindigkeit gehörigen Gleichgewichtskonzentration gleich geworden ist; der gerade Teil stellt die alleinige Aufnahme durch Reagieren des Sauerstoffs bei der Gleichgewichtskonzentration dar.

Aus dem Verlauf dieser Kurve können die nachfolgenden verschiedenen Werte berechnet werden:

- die Löslichkeit des Sauerstoffs im Öl;
- die Löslichkeitsgeschwindigkeit des Sauerstoffs im Öl;
- die Gleichgewichtskonzentration des Sauerstoffs im Öl,

und wenn letztgenannte bekannt ist, kann auch die Oxydationsgeschwindigkeit bei der Konzentrationseinheit, also die Reaktionskonstante, berechnet werden. Dazu misst man vom geraden Teil der Kurve den Neigungswinkel  $\alpha$ , das vom Ordinaten abgeschnittene Stück  $\beta$  und den Verlauf des krummen Teiles der Kurve; bei dieser Berechnung ist vorausgesetzt, dass die Oxydationsgeschwindigkeit der Sauerstoffkonzentration proportional ist, welche Annahme anscheinend bis jetzt zutrifft. In dieser Weise sind die Werte bis einschliesslich 150° C bestimmt worden. Über dieser Temperatur ist der  $\tan \alpha$  so gross, dass der krumme Teil der Kurve sich nicht mehr sichtlich ausprägt, ~~und dass~~ die Gleichgewichtskonzentration im Öl nimmer erreicht wird. Für 200° und 250° C haben wir eine andere Methode benutzen müssen, die wir im nächsten Bericht ausführen werden.

ZAHLENTAFEL 15.

Reaktionskonstante in einem relativen Mass		Temperaturkoeffizient (pro 10°) der Reaktionskonstante
25° C	0.015 .....	1.50
50° C	0.041 .....	1.54
100° C	0.36 - 0.35 .....	1.62
125° C	1.22 1.35 1.15 1.13 .....	1.44
150° C	2.72 2.95 2.31 2.74 2.88 .....	1.54
200° C	23.5 .....	1.21
250° C	62	

Neben der Reaktionskonstante wird auch deren Erhöhung pro 10° C Temperatursteigerung angegeben, welche bei einer normalen chemischen Reaktion meistens 2 - 3 beträgt. Man sieht nun die auffallende Erscheinung, dass dieser Temperaturkoeffizient bis 200° nur etwa 1.50 und von 200 - 250° C nur 1.21 beträgt! Dieser Temperaturkoeffizient der chemischen Reaktion gelangt dadurch in dasselbe Gebiet wie der Temperaturkoeffizient der Lösungs-

geschwindigkeit und aus diesem Grunde wird die Gleichgewichtskonzentration des Sauerstoffs im Öl bei der hohen Temperatur nicht, wie zu erwarten war, sehr viel niedriger als bei niedrigerer Temperatur (etwa 100° C), sondern bleibt von derselben Grössenordnung. Damit steht auch die Tatsache im Zusammenhang, dass der Einfluss des Rührens bei hoher Temperatur nicht besonders gross ist.

Selbstverständlich gilt dies alles nur noch für dieses eine Öl (andere Öle werden noch untersucht werden), aber dieses Ergebnis trägt doch schon dazu bei, unsere Kenntnisse über den Vorgang im Motor in bezug auf das Schmieröl zu erweitern.

II-C-3.

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

UNTERSUCHUNGSTHEMA:

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

ZUSAMMENFASSUNG DER UNTERSUCHUNG:

Die bestellten gusseisernen Keilriemenscheiben sind am Ende der Berichtsperiode geliefert worden. Es konnten aber noch keine Versuche vorgenommen werden.

II-C-4.

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

1. UNTERSUCHUNGSTHEMA:

Abnutzungsversuche mit Vierkugelapparat unter  
Ausschaltung von Luftsauerstoff.

Die Versuche mit dem Vierkugelapparat wurden fortgesetzt bei einer Belastung von etwa 10 kg/cm<sup>2</sup> und einer Gleitgeschwindigkeit von 0.25 m/Sek. Wegen einiger Reparaturen an Apparat konnte diese Versuchsreihe in der vergangenen Berichtsperiode nicht

beendet werden, so dass wir jetzt noch keine weiteren Zahlen und Schlussfolgerungen erwähnen können.

## 2. UNTERSUCHUNGSTHEMA:

### Abnutzungsversuche im Motor.

Die Schwefelanalyse der Auspuffgasen des Deutz-Motors mit als Treibstoff einem Benzin mit 0,5 Gew.% S wurde fortgesetzt. Zur Ermittlung der Menge Schwefeldioxyd in den Auspuffgasen wurde eine allgemein in der Literatur bekannte Methode benutzt, nämlich Durchleiten des Gases durch 0,1 n Jodlösung und Zurücktitrieren des überschüssigen Jods mit Natriumthiosulfat. Diese Methode ergab weit auseinandergehende Resultate. Fast alle Versuche ergaben jedoch mehr Schwefeldioxyd als mit dem Gesamtschwefelgehalt übereinstimmt. (Siehe vorigen Monatsbericht, Seite 34).

Es stellte sich heraus, dass beim Durchleiten von Gas durch Jodlösung, ein Teil des Jods verdunstet, was zu fehlerhaften Ergebnissen führt.

Um diesem Übel abzuweichen wurde hinter die Absorptionsflasche mit Jod eine Waschflasche mit einer abgemessenen Menge Natriumthiosulfatlösung gestellt, so dass kein Jod mehr entweichen konnte. Eine Anzahl Versuche werden jetzt auf diese Weise ausgeführt.

## 3. UNTERSUCHUNGSTHEMA:

### Alterungsversuche mit dem Mollinger Apparat.

Der in 60/80 Benzin unlösliche Teil der bei den Oxydationsversuchen mit dem Mollinger-Apparat gealterten Öle wurde auf Sauerstoffgehalt geprüft. Es zeigte sich, dass der Sauerstoffgehalt niedriger war als der von Schlamm eines in einem Motor gealterten Öles. Es ist also klar, dass auch in dieser Hinsicht der Oxydationsversuch nach Mollinger abweicht von der Oxydation wie diese in Motor stattfindet. Die Versuche mit diesem Apparat sind hiermit beendet.

## UNTERSUCHUNG MECHANISCHER EIGENSCHAFTEN VON STRASSENBAUMISCHUNGEN.

Es wurde eine Untersuchung angestellt nach dem Einfluss von Überhitzung von Strassenbaumischungen auf die Eigenschaften des Materials.

In der Praxis wird nämlich wohl die Temperatur, bis zur der das Bitumen und die Mischung erhitzt werden darf, meistens vorgeschrieben, aber trotz einer scharfen Kontrolle auf die Befolgung der Vorschriften werden mitunter höhere Temperaturen erreicht als zulässig ist. Durch diese Überhitzung werden die Eigenschaften der Strassendecke beeinflusst.

Bei einer mit Hilfe von Zellenproben und Druckproben ausgeführten Untersuchung stellte sich heraus, dass durch Überhitzung der Widerstand des Materials gegen plastische Deformation erhöht wird, während die Deformierbarkeit dabei zurückgeht. Infolge der Erhöhung des Widerstandes gegen plastische Deformation nimmt das Tragvermögen der Strassendecke zu, wird jedoch die Komprimierung durch Walzen erschwert. Dies führt bei Anwendung der in den Niederlanden vom "Rijkswaterstaat" vorgeschriebenen Bitumensorte (sog. halbgeblasen) zu solchen Schwierigkeiten, dass die Überhitzung von Mischungen, welche ein derartiges Bitumen enthalten, ungenügend geschlossene Strassendecken ergeben kann, was die Lebensdauer der Decke in ungünstigem Sinne beeinflusst.

Aus den Analysen der zurückgewonnenen Bitumina geht hervor, dass infolge der Überhitzung das Bitumen erhärtet, während Asphaltene gebildet werden unter gleichzeitiger Steigerung des P.I.

Das obenerwähnte halbgeblasene Bitumen zeigt relativ die grössten Änderungen in Penetration und P.I., doch die geringsten in Asphaltengehalt, während temperaturempfindliche Bitumina wie Miral eine relativ bedeutende Zunahme des Asphaltengehaltes aufweisen mit relativ geringen Änderungen in Penetration und P.I.; die weniger temperaturempfindlichen Bitumina nehmen in dieser Hinsicht eine Mittelstellung ein. In absolutem Sinne ist jedoch die Menge der neugebildeten Asphaltene für Bitumina aus verschiedenen Grundstoffen gleich.

Das Ergebnis der Untersuchung ist also, dass man von dem Gebrauch halbgeblasener Bitumensorten abraten soll, solange wenigstens die Gefahr der Überhitzung nicht angemessen vorgebeugt werden kann. Die halbgeblasenen Bitumina reagieren ja am ungünstigsten auf Überhitzung.

II-C-6. RHEOLOGIE VON BITUMEN UND  
UNTERSUCHUNG NACH DER WAS-  
SERDURCHLÄSSIGKEIT.

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

-----

II-C-7. ASPHALTBITUMENANWENDUNGEN IN  
DER INDUSTRIE UND IM BAUGEWERBE.

Da während der Berichtsperiode sämtliches  
Personal der betreffenden Abteilung mit externen  
Aufträgen und Arbeiten an der neuen Feuerleitung  
(Asphaltierung der Rohre) beschäftigt war, wurde  
keine nennenswerte Arbeit auf dem Gebiete der B.P.M.-  
Forschungsarbeiten ausgeführt.

-----

II-C-8. VERBESSERUNG DER RHEOLOGISCHE  
EIGENSCHAFTEN VON BITUMEN DURCH  
ZUSATZ HOCHMOLEKULARER STOFFE.

Wegen Abwesenheit des Berichterstatters  
wird der Bericht auf nächsten Monat verschoben.

-----

II-C-9. ENTWICKLUNG IDEALER BRENNER ZUM  
HEIZEN, SCHNEIDEN UND SCHWEISSEN  
MIT PROPAGAS UND BUTAGAS.

Der Bericht über die Arbeit der letzten  
zwei Jahre, an dem die ganze Abteilung arbeitet  
(siehe vorigen Monatsbericht, Seite 36) ist nahezu  
fertig. Experimentelle Arbeit von nennenswerter  
Bedeutung wurde in der Berichtsperiode nicht aus-  
geführt.

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

II-D-1.            N E U E C H E M I S C H E V E R B I N D U N G E N  
D U R C H O X Y D A T I O N V O N O L E F I N E N  
A U S D E R G A S Ö L S T R E C K E.

UNTERSUCHUNGSTHEMA:

Katalytische Oxydation von Ceten mit Luft.

In Erwartung der Entscheidung über die Frage, ob diese Untersuchung wohl oder nicht fortgesetzt werden soll - wozu ein vorläufiger Bericht Nr. 9052 erschienen ist - wurde in der Berichtsperiode an diesem Gegenstand nicht weiter gearbeitet.

II-D-2.            A N W E N D U N G V O N W A S S E R S T O F F P E R O X Y D  
A U S E R D Ö L O X Y D A T I O N S P R O D U K T E N I N  
D E R O R G A N I S C H - C H E M I S C H E N T E C H N I K  
Z U R S Y N T H E S E V O N G L Y K O L E N.

UNTERSUCHUNGSTHEMA:

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

ZUSAMMENFASSUNG DER UNTERSUCHUNG:

Von den im vorigen Bericht erwähnten Phthalocyaninen (die Bezeichnung Phthaloxyamin war ein Tippfehler) wurden, neben dem metallfreien Produkt, die Nickel-, Kupfer-, Vanadium-, Molybdän- und Wolframverbindungen hergestellt. Sie stellen sich jedoch sämtlich als vollkommen unlösliche Verbindungen in allen Lösungsmitteln heraus, ohne katalytischen Effekt bei der Oxydation von Wasserstoffperoxyd. Auch bei der Oxydation von Allylchlorid in der Gasphase bei Temperaturen bis 180° konnte kein katalytischer Effekt der Phthalocyaninen festgestellt werden.

Die Kupfer-, Nickel- und Vanadiumsalze von Nikotinsäure hatten keinen katalytischen Effekt, ebenso wenig wie eine aus Wolfränhexaphenolat und Phanylmagnesiumbromid bereitete Phenylwolframsäure.

II-D-3.

KONDENSATION HALOGENHALTIGER  
VERBINDUNGEN DURCH ENTZIEHUNG  
DES HALOGENS.

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

-----

II-D-4.

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

UNTERSUCHUNGSTHEMA:

Konzentrierung stickstoffhaltiger Produkte  
in Rohöl.

ZUSAMMENFASSUNG DER UNTERSUCHUNG:

Die Analyse der verschiedenen Fraktionen, die bei der im vorigen Monatsbericht erwähnten chromatographischen Adsorption erhalten wurden, wies nach, dass eine Anzahl Fraktionen stickstofffrei war, während in den stickstoffhaltigen Fraktionen der Gehalt von 0.40 auf 1.40 gestiegen war. Letztere waren die Fraktionen, welche durch Eluierung mit Benzen + 5 % Alkohol erhalten worden waren.

Nach diesem vorläufigen Versuch wurde noch nicht gleich zu einer eingehenden Untersuchung geschritten, sondern erst von 8 Rohölen der Stickstoff- und Schwefelgehalt bestimmt zur Feststellung des geeignetsten Grundstoffes für diese Untersuchung. Der Stickstoffgehalt schwankte von 0.25 bis 0.50 %, der Schwefelgehalt von 0.39 % bis 1.07 %.

Eine wesentliche Konzentrierung der diese Elemente enthaltenden Verbindungen kann erzielt werden, indem man aus den Rohölen die Asphaltene mit Pentan fällt. Die Analyse dieser Asphaltene wies nach, dass sie von 1.74 bis 2.20 % Stickstoff und von 1.06 bis 2.68 % Schwefel enthalten. Die in den Asphaltinen befindliche Stickstoffmenge schwankte zwischen 7.0 und 43.0 % der Gesamtmenge.

Aus diesen vergleichenden Zahlen ging hervor, dass das Ventura Öl, das wir bereits vorläufig untersuchten, ein für unsere Zwecke sehr geeigneter Grundstoff ist. Aus einer grossen Menge Rohöl wurden nun durch Destillation die flüchtigsten Bestandteile entfernt

(17.5 %) und danach die Asphaltene präzipitiert und abgetrennt.

1 kg des so vorbehandelten Öles wurde, mit Pentan verdünnt, einer chromatographischen Absorption unterworfen, während die dazu gehörigen Asphaltene, in Benzen gelöst, gleichfalls auf diese Weise in Fraktionen gespalten wurden.

Die Untersuchung der so erhaltenen Produkte ist im Gange.

-----

II-D-5.

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

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

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

=====

II-E-1. WEITERE ENTWICKLUNG VON  
INSEKTIZIDEN FÜR SOMMER-  
SPRITZUNG.

UNTERSUCHUNGSTHEMA:

Suchen nach neuen organischen Insektiziden zur Ersetzung von Nikotin.

Für die Untersuchung betreffend den Zusammenhang zwischen chemischer Struktur und Toxizität waren in der organischen Abteilung eine Serie Benzen-, Naphthalen- und Tetralenderivate hergestellt. Wie im vorigen Bericht erwähnt, sollte geprüft werden inwiefern es möglich sei für diese Stoffe, wenigstens für bestimmte Reihen, eine Dispergiermethode zu finden, nach der genügend feine wässrige Dispersionen erhalten werden können, derart, dass die Eigenmortalität durch den Dispergator niedrig ist.

ZUSAMMENFASSUNG DER UNTERSUCHUNG:

Zur Erzielung dieser Dispergierung mittels Lösung in irgendeinem Lösungsmittel wurde durch biologische Versuche zunächst festgesetzt welche Lösungsmittel eine genügend niedrige Eigenmortalität gaben um für Anwendung in Betracht zu kommen. Viele Lösungsmittel wie Aceton, Methylalkohol, Äthylalkohol, Benzen, usw. genügten dieser Anforderung, Pyridin und Tetralin z.B. ergaben jedoch eine zu grosse Eigenmortalität.

Einige Stoffe konnten in keinem einzigen für unseren Zweck in Frage kommenden Lösungsmittel in genügend hoher Konzentration gelöst werden. Für diese Stoffe wird deshalb ein anderer Weg zur Dispergierung gesucht werden müssen.

Ein grosser Teil der Stoffe konnte dispergiert werden indem man sie in einem wasserlöslichen Lösungsmittel gleichzeitig mit einem Dispergator mit einer nicht zu hohen Eigenmortalität löst und die erhaltene Lösung in Wasser ausgiesst. Einige Stoffe ergaben jedoch bei Ausgiesen der Lösung in Wasser zu grobe Dispersionen. Als allgemeiner anzuwendende Methode bewährte sich die Lösung des Stoffes in einem nicht wasserlöslichen Lösungsmittel (z.B. Benzen) zugleich mit einem Emulgator (z.B. einem sulfonierten Öl) und

nachträgliche Emulgierung der erhaltenen Lösung in Wasser.

#### GEPLANTE UNTERSUCHUNG:

Die Untersuchung betr. die insektizide Wirkung der dispergierten Stoffe ist in Gange und wird weiter fortgesetzt werden. Die Untersuchung wird zunächst bei Konzentrationen von etwa 0.5 % des Stoffes bei zwei Dosierungen ausgeführt. Je nach den Ergebnissen werden auch andere Konzentrationen untersucht werden, während gleichzeitig, wenn erwünscht, auch geprüft werden soll ob der pH der Lösungen die Wirkung wesentlich beeinflusst.

II-E-2.

FESTSTELLUNG DER INSEKTIZIDEN-, PHYTOZIDEN- UND FUNGIZIDEN WIRKUNG VON PFLANZENSCHUTZMITTELN.

#### UNTERSUCHUNGSTHEMA:

Das Kleben von Eiern auf Objektivgläschen.

Bis jetzt fand die Laboratoriumsuntersuchung von Oviziden auf Mehlmotteneier immer nach der Absaugemethode statt. Es ist jedoch erwünscht auch andere Methoden anzuwenden, wobei hauptsächlich Spritzen und Tauchen in Betracht kommen. Müssen bei der Absaugemethode lose Eier benutzt werden, bei Tauchen und Spritzen sind Eier zu gebrauchen, die auf einem Objektivglas festgeklebt sind.

#### ZUSAMMENFASSUNG DER UNTERSUCHUNG:

Wir prüften in welcher Weise das Kleben am besten stattfinden kann und versuchten dazu mit verschiedenen Stoffen die Eier auf Objektivgläschen zu kleben. Dabei war die Anforderung zu berücksichtigen, dass das Klebemittel weder auf die Eier noch auf die zu prüfenden Stoffe Einfluss haben darf.

Es wurden die nachfolgenden Stoffe geprüft, wovon nur einige sich als geeignet bewährten.

Ungeeignet sind:

Bienenwachs: hat einen zu hohen Schmelzpunkt, so dass die Eier zu viel erwärmt werden bei Anbringung auf dem Wachs.

Wollfett : ist toxisch für Mehlmotteneier.

- Vaselin : zieht sich über die Eier.
- Glukosesirup und  
Holzleim : lösen sich zu schnell in Wasser  
und bilden einen dünnen Film  
über die Eier.
- Miri Asphalt-  
bitumen : löst Öl zu schnell.
- Konsistentes Fett und  
Chloriertes : lassen sich nicht gleichmässig  
Paraffin über die Glasoberfläche verteilen.
- Kaseinleim (Kasein +  
 $\text{NH}_4\text{OH}$  + Wasser) : quillt zu rasch in Wasser, wodurch  
die Eier in das Kasein versinken.

Bei der Voruntersuchung stellten sich als  
geeignet heraus:

Sikkativ gelöst in Benzol.

Weisser Firnis gelöst in Benzol.

Kaseinleim (10 g Kasein + 30 g  $\text{H}_2\text{O}$  + 1 g Löschkalk +  
3 g Wasserglas 40° Bé).

Diese drei Stoffe werden einer weiteren  
Prüfung unterzogen werden.

-----

II-E-3.

### PRAKTISCHE PRÜFUNG UND KONTROLLE VON PFLANZENSCHUTZMITTELN.

#### ZUSAMMENFASSUNG DER UNTERSUCHUNGEN:

##### A. Winterspritzmittel.

Der Einfluss der im März ausgeführten  
Bespritzungen auf den Ertrag wurde durch Aus-  
führung einer Ernteanalyse geprüft.

##### 1. Analyse der Beschädigungen der Früchte.

Es ergab sich, dass die Beschädigung des Obstes  
durch Frass von Frostspannerraupe, Knospen-  
wicklerraupe und Gespinnstmottenraupe durch  
sämtliche von uns auf den Markt gebrachten Mittel  
wesentlich vermindert war.

Auch die Resultate mit Ölemulsionen einer  
neuen Zusammensetzung waren gut.

Auffallend war die starke Verminderung von  
Wurmstich infolge der Bespritzung.

## 2. Der Einfluss auf den Ertrag.

Der Gesamtertrag war bei den bespritzten Bäumen nicht grösser als bei den nicht bespritzten. Allerdings war der Prozentsatz gesunde Früchte von den bespritzten Bäumen wesentlich höher, aber dagegen waren die Früchte der nichtbespritzten Bäume etwas grösser.

Der finanzielle Vorteil aus dem grösseren Ertrag an gesundem Obst der bespritzten Bäume wog die Kosten der Bespritzung auf. Dies ist wahrscheinlich auf den dieses Jahr geringen Blattlausbefall der nichtbehandelten Bäume zurückzuführen, wodurch eine der grössten Plagen, die durch die Winterspritzung bekämpft werden soll, keinen Einfluss auf den Ertrag hatte.

### B. Sommerspritzmittel.

Es wurde ein Versuch angestellt zur Prüfung des Einflusses eines Wachsstoffes mit "Shell ZE 60" auf die Wirkung des Wachsstoffes gegen den "späten Fall".

### GEPLANTE UNTERSUCHUNGEN:

1. Die Ausführung der Ernteanalyse wird fortgesetzt.
2. Die Versuche mit "Shell ZE 60", Schwefelkalkbrühe und einem damit bereiteten Gemisch, wie im Monatsbericht Nr. 4, Seite 43 besprochen, werden fortgesetzt.

II-E-4.

STUDIUM DER AN MINERALÖLE UND  
ÖLEMULSIONEN ZU STELLENDEN AN-  
SPRÜCHE FÜR ANWENDUNG IN PFLAN-  
ZENSCHUTZMITTELN.

### I. UNTERSUCHUNGSTHEMA:

Einfluss des Raffinierungsgrades auf die Phytozidität von Sommerölen.

Wegen Zeitmangel konnte die Raffinierung der Öle noch nicht fortgesetzt werden, so dass die Phytoziditätsuntersuchung gleichfalls aufgeschoben wurde.

## 2. UNTERSUCHUNGSTHEMA:

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

Es war eine Anzahl Weissölemulsionen (unter variierenden Bedingungen von Rührgeschwindigkeit, Art und Menge des Emulgators) hergestellt, wovon einerseits die physikalischen Eigenschaften, andererseits orientierend die toxische Wirkung auf Mehlmotteneier bestimmt war. Es war nunmehr die Toxizität in bezug auf Spinnmilbeneier zu prüfen.

## ZUSAMMENFASSUNG DER UNTERSUCHUNG:

Die Toxizität der verschiedenen Ölemulsionen auf Sommererier der Spinnmilbe wurde durch Spritzung oder Eintauchung geprüft.

Dabei stellte sich folgendes heraus:

1. Eine Abtötung von etwa 90 % der Spinnmilbeneier wird bereits mit einer niedrigen Konzentration des Öles erzielt (etwa 1 % Öl in der Spritzflüssigkeit).
2. Dieser Abtötungsprozentsatz lässt sich nicht weiter erhöhen durch Steigerung der Ölkonzentration - weder bei Eintauchung noch bei Spritzung - so dass er als höchsterzielbaren Effekt zu betrachten ist.
3. Es kann keine Differenz in Toxizität zwischen den verschiedenen Ölemulsionen festgestellt werden.

Hieraus geht hervor, dass für eine gute Differenzierung zwischen den verschiedenen Ölen Spinnmilbeneier wohl sehr ungeeignet sind; die Versuche auf Mehlmotteneier sind in dieser Hinsicht noch zu bevorzugen.

Bei der Fortsetzung der Bestimmung der physikalischen Eigenschaften der Emulsionen stellte sich heraus, dass die Messung der Ölabsatzung - nach einer vor einigen Jahren ausgearbeiteten Methode - noch verschiedene Schwierigkeiten ergab, die wir zu lösen haben bevor die Reihe Messungen vollendet werden kann.

## GEPLANTE UNTERSUCHUNG:

Fortsetzung der Bestimmung der physikalischen und toxischen Eigenschaften dieser Serie Öle, eventuell ergänzt mit Messungen an neuen Serien Ölemulsionen.

004388

- 53 -

II-E-5.

BEREITUNG VON DINITROKRESOL-  
HALTIGEN SUSPENSIONEN IN WASSER.

UNTERSUCHUNGSTHEMA:

Analysenmethode für Dinitro-o-kresol in Shell-Nitroleum.

Für die Betriebskontrolle bei der Nitroleumproduktion in Pernis war eine einfache Analysenmethode auszuarbeiten. Dazu wurde Extraktion mit Benzen des Dinitrokresols aus der Emulsion gewählt.

ZUSAMMENFASSUNG DER UNTERSUCHUNG:

In der Berichtsperiode wurden die günstigsten Bedingungen für eine vollständige Dinitrokresolextraktion festgesetzt.

Darauf wurde versucht den DNK-Gehalt im Benzen kolorimetrisch zu bestimmen mit einem für Pernis verfügbaren einfachen Dubosc Kolorimeter (ohne künstliche Beleuchtung). Es gelang jedoch nicht damit die verlangte Genauigkeit zu erreichen. Jetzt wird versucht den Gehalt im Benzol durch Titration mit Titantrichlorid zu bestimmen (W. Fischer : Analyse von Pflanzenschutzmitteln, Z.f. Anal. Chem. 112 (1938) 91).

II-E-6.

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

UNTERSUCHUNGSTHEMA:

Untersuchung über die benetzende und eindringende Wirkung von Spritzflüssigkeiten.

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

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

ANALYTISCHE UNTERSUCHUNGEN ZUR  
UNTERSTÜTZUNG DER FORSCHUNGS-  
ARBEITEN; ENTWICKLUNG VON LABO-  
RATORIUMAPPARATUR.

Prüfung unserer genauen Elementaranalyse  
an einigen schwierigen Fällen.

Laut einer Mitteilung aus dem Laboratorium für chemische Technologie der Technischen Hochschule in Delft führt die Elementaranalyse bestimmter hochpolymerer Verbindungen zu besonderen Schwierigkeiten, wahrscheinlich infolge der Tatsache, dass bei einer bestimmten Temperatur (etwa 300° C) plötzlich eine schnelle Zersetzung eintritt. Ein in Delft bereitetes Isobutenpolymer mit Molekulargewicht 270.000 wies bei Microanalyse eine Summe von C und H von nur etwa 95 % auf; in Delft unter schärfsten Vorkehrungen ausgeführte Macroanalysen ergaben nicht mehr als etwa 98 %.

Zur Prüfung der allgemeinen Brauchbarkeit der von uns entwickelten, sehr genaue Methode für Elementaranalyse, analysierten wir auch das bezügliche Produkt einige Male. Dabei wurden keine besonderen, über die bei unserer Methode üblichen hinausgehenden, Vorkehrungen getroffen. Und doch war das Ergebnis zufriedenstellend: freilich war die Summe von C und H nicht völlig 100 % (wir fanden 99.67 %), aber ausser C und H enthielt das Produkt auch noch ein wenig anorganisches Material (Verbrennungsrückstand 0.15 %); das Defizit von 0.18 % ist in dieser Beziehung nicht fremd.

Völligkeitshalber sei erwähnt, dass bei einer dreifachen Bestimmung des Wasserstoffgehalts 14.14, 14.33 und 14.34 % gefunden wurde, während dieser für Isobuten 14.37 % beträgt.

Unsere sehr genaue Methodik für Elementaranalyse, entwickelt für Ölfraktionen mit Molekulargewichten von 200 bis 1000, hat sich daher als ohne mehr brauchbar erwiesen für eine hochpolymere Verbindung mit einem Molekulargewicht von etwa 270.000, welche sich nach üblichen Methoden nicht einwandfrei analysieren lässt.

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 Ö L G E W I N N U N G    A . G .    W I E N .

=====

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

Diese Untersuchung ist beendet. In den beiden Bohrungen R.A.G. 2 und 11 lassen sich 3 Zonen unterscheiden. Diese Daten wurden dem Hauptbüro weitergeleitet mit der Bitte sie der Rohöl-Gewinnungs A.G. zukommen zu lassen. Für eine einwandfreie Interpretation der Ergebnisse sind jedoch stratigraphische und geographische Daten über dieses Gebiet erforderlich. Diese wurden angefragt.

-----

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

=====

An diesen Gegenständen wurde in der Berichtsperiode nicht gearbeitet.

-----

VI.            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.    B E R A T U N G E N   F Ü R   D I E  
         A M S T E R D A M E R   A N L A G E N ,  
         H A U P T S T E L L E   U N D   B . I . M .

=====

In der Berichtsperiode wurden keine Resultate  
grundsätzlicher Bedeutung erhalten, die für Bericht-  
erstattung 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.	1
4. Herstellung von Bitumenemulsionen und Glaserkittersatz.	1
5. Herstellung von Lösungsmitteln für Lacke und Firnisse.	2
6. Herstellung von Sorbitol als Zwischenprodukt für die Produktion von Vitamin C.	2
<u>II. ALLGEMEINE FORSCHUNGSARBEITEN AUF DEM ERDÖL- UND MINERALÖLGEBIETE.</u>	
<u>A. UNTERSUCHUNGEN AUF DEM GEBIETE DER ÖLERFORSCHUNG UND ÖLFORDERUNG.</u>	
1. Voraussagen über Fündigkeit von Erdöl aus der Kenntnis der Ölmuttergesteine und der Migrationswege des Erdöls.	3
2. Untersuchungen von Bohrkernen aus den Bohrungen im Osten der Niederlanden.	4
3. Sediment-petrographische Forschung: Korngrösse-Untersuchung.	5
4. Bestimmung der Ausbeute an gewinnbaren Ölen aus ölführenden Schichten.	6
5. Verbesserung der Ölausbeute ölführender Schichten durch Verdrängung restlichen Öles durch Wasser.	10
6. Das Auffinden eines Ersatzmittels für Zement zum Abdichten der Bohrlochsohle.	11
7. Verbesserung von Dickspülung und Untersuchung von Ton auf die Verwendungsmöglichkeit für Dickspülung.	11
8. Theoretische Untersuchung nach der Viskositäts- und Thixotropieerniedrigende Wirkung von Chemikalien auf Dickspülung.	13

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

Seite:

- |   |    |
|---|----|
| 1. Herstellung hochwertiger Schmieröle durch Extraktion von Rückstandölen mit Antimontrichlorid.  | 14 |
| 2. Qualitäts- und Ausbeutesteigerung von hochwertigen Schmierölen durch Perkolatlon über selektiven Adsorptionsmitteln.   | 18 |
| 3. Verbesserung von Extraktionsverfahren.   | 20 |
| 4. Konstitutionsermittlung von Mineralölen durch Spektralanalyse (Raman- und Ultraviolettspektren).   | 21 |
| 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 Ölschichten. | 21 |
| 6. Studium zur Herstellung hochwertiger Schmierfette unter Berücksichtigung des Einflusses der Komponenten und der Arbeitsbedingungen.  | 21 |
| 7. Entwickeln von Analysemethoden für Kohlenwasserstoffgemische aus dem Schmierölgebiete; Gruppenanalyse und Strukturanalyse zur Aufklärung der chemischen Konstitution von Schmierölen                                     | 22 |
| 8. Vorhersagung über Spalteignung von Mineralölen auf Grund gewisser physikalischer Konstanten.   | 24 |
| 9. Verbesserung von physikalischen Trennungsmethoden für Kohlenwasserstoffe aus dem Benzingeblote.  | 25 |
| 10. Erhöhung des Klopfwertes von Kraftstoffen durch Isomerisation und Dehydrierung.   | 25 |
| 11. Berechnung der Grundlagen für die Übertragungen chemischer Reaktionen, insbesondere katalytischer Reaktionen, vom Laboratorium in die Praxis.   | 28 |
| 12. Physikalisch-chemische Untersuchungen über Katalyse und Katalysatoren.  | 30 |
| 13. Aufbaureaktionen durch photochemische endständige Anlagerung von Halogenwasserstoff an Olefinen.  | 33 |

	<u>Seite:</u>
14. Grundlegende Untersuchungen auf dem Gebiet induzierter Kettenreaktionen zur Bereitung hochwertiger Benzine, Schmieröle oder chemisch-industrieller Erzeugnisse.	33
15. Untersuchung nach der korrosiven Wirkung von Erdölnaphthensäuren auf Metalle.	35
16. Gasanalyse durch Adsorption.	35
17. Bereitung von Strassenbaubitumina aus paraffinhaltigen Bitumina.	37
18. Herstellung von Gasölen aus schwefelreichen paraffinischen Rohölen durch Druckhydrierung.	37
19. Anlagerung von Methan an Erdölrückstände zur Herstellung dünnflüssiger Produkte mit höheren Wasserstoffgehalt.	37
<b>C. UNTERSUCHUNGEN AUF DEM GEBIETE DER ANWENDUNGEN VON ÖLERZEUGNISSEN.</b>	
1. Identifizierung von Verschmutzungsprodukten in Verbrennungsmotoren.	38
2. Oxydationsbeständigkeit von Schmierölen in Zusammenhang mit der Konstitution des Ausgangsstoffes.	39
3. Festsetzung der an konsistente Fette zu stellenden Anforderungen und Entwicklung geeigneter Prüfmethode.	41
4. Entwicklung und Verbesserung von Laboratoriumsmethoden zur Feststellung von Abnützung und Alterung von Schmierölen im Motorenbetrieb.	41
5. Untersuchung mechanischer Eigenschaften von Strassenbaumischungen.	43
6. Rheologie von Bitumen und Untersuchung nach der Wasserdurchlässigkeit.	44
7. Asphaltbitumenanwendungen in der Industrie und im Baugewerbe.	44
8. Verbesserung der rheologischen Eigenschaften von Bitumen durch Zusatz hochmolekularer Stoffe.	44
9. Entwicklung idealer Brenner zum Heizen, Schneiden und Schweissen mit Propagas und Butagas.	

<b>D. BEREITUNG VON CHEMISCH-INDUSTRIELLEN ERZEUGNISSEN AUF PETROLEUMGRUNDLAGE.</b>	
1. Neue chemische Verbindungen durch Oxydation von Olefinen aus der Gasölstrecke.	45
2. Anwendung von Wasserstoffperoxyd aus Erdöl oxydationsprodukten in der organisch-chemischen Technik zur Synthese von Glykolen.	45
3. Kondensation halogenhaltiger Verbindungen durch Entziehung des Halogens.	46
4. Isolierung von Nichtkohlenwasserstoffen aus Erdölfraktionen und deren Verwendung in der chemischen Industrie.	46
5. Untersuchungen nach der Qualitätsverbesserung von Estersalzen aus Erdöl-olefinen und deren Verwendung als fettfreies Seifenaustauschprodukt.	47
<b>E. ANWENDUNG VON ÖLPRODUKTEN ZUR BEREITUNG VON PFLANZENSCHUTZMITTELN.</b>	
1. Weitere Entwicklung von Insektiziden für Sommerspritzung.	48
2. Feststellung der insektiziden-, phytociden- und fungiziden Wirkung von Pflanzenschutzmitteln.	49
3. Praktische Prüfung und Kontrolle von Pflanzenschutzmitteln.	50
4. Studium der an Mineralöle zu stellenden Ansprüche für Anwendung in Pflanzenschutzmitteln.	51
5. Bereitung von Dinitrokresolhaltigen Suspensionen in Wasser.	53
6. Bearbeitung kolloid-chemischer Probleme für die Bereitung und Verwendung von Insektizidenemulsionen.	53
<b>F. VERSCHIEDENES.</b>	
Analytische Untersuchungen zur Unterstützung der Forschungsarbeiten; Entwicklung von Laboratoriumapparatur.	
Prüfung unserer genauen Elementaranalyse an einigen schwierigen Fällen.	
	54

	<u>Seite:</u>
III. <u>FORSCHUNGSARBEITEN FÜR DIE RHENANIA-</u> <u>OSSAG MINERALÖLWERKE A.G., HAMBURG.</u>	55
IV. <u>UNTERSUCHUNGEN FÜR DIE ROHÖLGEWINNUNG</u> <u>A.G., WIEN.</u>  Untersuchungen von Gesteinsproben (Kernproben) aus Tiefbohrungen der R.A.G.	55
V. <u>UNTERSUCHUNGEN VON SPEZIALÖLEN UND</u> <u>AUSFÜHRUNG VON KONTROLLANALYSEN FÜR</u> <u>DIE KROATISCHE SHELL (ZAGREB).</u>	55
VI. <u>FORSCHUNGSARBEITEN FÜR DRITTEN.</u>	56
VII. <u>BERATUNGEN FÜR DIE AMSTERDAMER ANLAGEN,</u> <u>HAUPTSTELLE UND D.I.M.</u>	56

Betriebsnummer: 0/1900/0040  
K 7651 653