

Baug Target

- 3 - 27331 - 0/4.11

Anlageteil:	M. T. A. Eisenbedarf		B. T. A. Eisenbedarf		Bemerkungen:
	to	RM	to	RM	
<u>Allgemein:</u>					
Rohrbrücken	-	-	210	70 000.--	
Kabel	2	15 000.--	-	5 000.--	
Hoch-, Nd. Druck u. Wasserltg.	70	180 000.--	-	5 000.--	
Messinstrumente	2	80 000.--	-	-	
	74	275 000.--	210	80 000.--	

Gesamtsumme der oben angeführten Einzelanlagen

Anlageteil:	M. T. A. RM	B. T. A. RM
Kohlenmüllerei:	167 000.--	260 000.--
Maschinenhaus:	167 500.--	105 000.--
Kammer:	1 108 400.--	90 000.--
Filterbau:	290 000.--	100 000.--
Restkohle:	595 000.--	260 000.--
Festextraktgew. Anlage:	642 000.--	480 000.--
Inertgasanlage:	72 000.--	20 000.--
Allgemein:	275 000.--	80 000.--
	3 317 000.--	1395 000.--
	3 317 000.--	=====

Kontingentgewicht: M. T. A. ca. 4 000 to
B. T. A. ca. 1 200 to

R U H R Ö L G. m. b. H.
M T A Ri/Wi

Bag
2733

Bottrop, den 22.7.1942 Ji

Target

Unterlagen zur Baureiferklärung für den
Ausbau der Elektrodenkoksanlage Stinnes.

Der Ausbau der Anlage zerfällt in zwei voneinander zu trennende Bauvorhaben.

1. Der Ausbau der Anlage Welheim der Ruhröl G.m.b.H.
2. Hierzu notwendige Neuanlagen auf der Anlage der Zeche Mathias Stinnes I/II der Gewerkschaft Mathias Stinnes.

Bauvorhaben auf der Anlage Welheim der Ruhröl G.m.b.H.:

A) Allgemeine Angaben.

- | | |
|--|--|
| 1. Name u. Bezeichnung der Anlage: | Ruhröl G.m.b.H. Hugo Stinnes Werke |
| Anschrift: | Bottrop-Boy i.W. |
| Fernruf: | Essen: 51921
Bottrop: 3283 |
| 2. Standort der Anlage: | Zeche Vereinigte Welheim,
Bottrop-Boy |
| 3. Bauherr: | Ruhröl G.m.b.H. |
| 4. Sachbearbeiter für die Baudurchführung: | Richter |

B) Kapazität der bereits bestehenden Anlage.

36 000 Jato Extrakt = 25 000 Jato Elektrodenkoks
Kapazität des Werkes nach Durchführung des Bauvorhabens 72 000 Jato
Extrakt = 50 000 Jato Elektrodenkoks. Die Betriebstage pro Jahr
sind mit 300 eingesetzt.

Begründung:

Die Erhöhung der Produktion an Elektrodenkoks.

c) Herstellung von Steinkohleextrakt.

Unter Kohleextrakt versteht man eine auf chemischem Wege aus Steinkohle hergestellte, aschefreie Substanz mit einem Schmelzpunkt von 220-240° und evtl. höher. Die Herstellung geschieht nach folgendem Verfahren:

Steinkohle wird gemahlen und getrocknet, mit einem aus einer Kohlehydrierung gewonnenen Mittelöl in einem bestimmten Verhältnis gemischt und ohne oder mit geringer Zugabe von Wasserstoff bei einem Druck von ca. 150 Atm. auf eine Temperatur von 400° oder auch höher eine gewisse Zeit erhitzt. Während dieser Erhitzung wird die Kohle aufgeschlossen. Bei Auflösung der Kohle entstehen aus dieser aber auch gleichzeitig geringe Mengen an Gas und Öl. Bei der Entspannung von 150 Atm. auf Atm. Druck werden deshalb folgende Produkte erhalten:

1. Ein Gemisch von Öl mit aufgeschlossener, aufgelöster Kohle + Restkohle (Asche + nicht abgebaute nichtgelöste Kohle)
2. Kohleöle
3. Gase (Wasserstoff, Methan etc.)
4. Reaktionswasser

Das Produkt unter 1. wird Rohaufschluß genannt. Dieser Rohaufschluß wird nun durch Filtration getrennt in aschefreie Kohle = Extrakt + Mittelöl einerseits und andererseits in Restkohle + geringen Mengen Mittelöl. Die Filtration findet unter Druck statt bei einer Temperatur von 150°. Das Produkt Extrakt + Mittelöl wird als Reinfiltrat bezeichnet. Durch kontinuierliche Destillation wird hieraus der Extrakt gewonnen. Die Restkohle wird in Trockentrommeln vom Mittelöl befreit.

Bei dem Verfahren wird das Mittelöl zum größten Teil im Kreislauf gefahren. 20-40% des Mittelöls werden durch frisches Mittelöl aus der Kohlehydrierung ersetzt, während die gleiche abgezogene Menge in die Hydrierung zur Weiterverarbeitung zurückkehrt. Hiermit werden auch die in geringer Menge anfallenden Kohleöle abgezogen und der Hydrierung zugeführt. Das anfallende Gas wird als Heizgas verwendet.

Der Extrakt wird dann in normalen Koksofenbatterien verkocht, wobei ca. 70 % Elektrodenkoks und 30 % Teeröl und Gas anfallen.

273.2

D) Unbedenklichkeitserklärungen werden nachgereicht.

E) Bautechnische Angaben:

1.) Folgende Anlageteile sind neu zu erstellen bzw. zu erweitern:

Aus Zweckmäßigkeitsgründen wird die Kohle nicht mehr auf der Anlage der Ruhröl G.m.b.H. getrocknet und gemahlen, sondern auf der Zeche Mathias Stinnes I/II. Die bestehende Anlage

Bau 10

bleibt als Reserve erhalten. Die getrocknete Kohle wird mittels Staubwagen von Stinnes I/II nach Welheim gefahren und dort in die vorhandenen Trockenkohlebunker mittels Kohlsäure gefördert. Da die vorhandenen Bunker nicht ausreichen, müssen zwei weitere in diesem Bau errichtet werden. Die Anmischung des Kohlebreies bleibt in diesem Bau. Der

Bau 11

muß erweitert werden, um drei weitere Kohlebreipressen unterzubringen. Um die Vorratshaltung an Kohlebrei zu vergrößern, werden vor diesem Bau auf der Westseite 2 Behälter mit je 100 cbm und die nötigen Pumpen dazu aufgestellt. Für die Verarbeitung der größeren Kohlebreimengen wird eine zweite Rohaufschlußkammer errichtet, die aber eine größere Leistung besitzen wird. Die Kammer

Bau 112

kommt westlich der vorhandenen zur Aufstellung.

Bau 113

Der vorhandene Filterbau mit seinen Einrichtungen erlaubt es nicht, weitere Filter dort aufzustellen. Es wird deshalb nördlich davon ein neuer erstellt, der 4 Filter, 3 Drehtrommeln und die notwendigen Behälter enthält. Die Destillation

Bau 15

muß ebenfalls erweitert werden. Die Neubauten hierzu bestehen aus je einer weiteren Vordestillation und einer Nachdestillation

Bau 115

mit den zugehörigen Vorratsbehältern und Vakuumgefäßen. Ferner Bunkerung und Abtransport der Restkohle zum Kesselhaus einschließlich Mischschneck und Entstaubungsanlage in Kesselhaus; Erweiterung des vorhandenen 110/5 KV R.W.E.-Anschlusses um 12 MV auf 30 MVA gerichtete Leistung und Verstärkung der Überleitungen vom Schaltheus I zum Schaltheus II.

2.) Bauzeit wird unter den heutigen Verhältnissen auf 2 Jahre gesetzt.

3.) Bau- und Montagearbeiter:	Bauarbeiter	145
	Montagearbeiter	80

4.) Kostenangaben:

1. Gesamtinvestierung RM 4 970 000.-

2. Die Finanzierung wird gesichert. Die Mittel werden durch die Ruhröl G.m.b.H. beschafft. (R.W.E.-Anteil 265 000.- RM)

3. Veranschlagte Baukosten:

a) für den bautechn. Teil RM 1 083 000.-

b) " " masch.-techn. Teil RM 3 887 000.-

Bag Target
2733

5.) Materialbedarf:

a) Gesamtmenge an Maschineneisen: 3 100 t
 Baueisen: 655 t und zwar

im 4. Quartal 1942 2 000 t Masch.Eisen
 455 t Baueisen

im 1. Quartal 1943 1 100 t Masch.Eisen
 200 t Baueisen

b) NE - Metalle:

Aluminium 29 000 kg
 Alu.-Legierung 450 kg
 Kupfer 20 000 kg
 Blei 49 000 kg
 Silumin 1 010 kg
 Messing 850 kg
 Zink-Legierung 150 kg
 Walzzink 10 kg
 Lötzinn 120 kg
 Bronze 485 kg
 Silber 280 g

c) LG - Metalle:

Chrom 6 000 kg
 Nickel-Leg. 65 kg
 Wolfram 2 kg

F) 1. Betriebstechnische Angaben:

Für die Erzeugung von 72 000 Jato Extrakt bzw. 50 000 Jato-El elektrodenkoks werden 106 000 Jato Trockenkohle benötigt. Außerdem eine gewisse Menge Wasserstoff, deren Höhe noch nicht feststeht. Diese Wasserstoffmenge ist aber ohne weiteres aus der vorhandenen Hydrieranlage abzuzweigen, sodaß hierfür keine neuen Anlagen notwendig sind. Der Bezug der Trockenkohle ist durch die Gewerkschaft Mathias Stinnes sichergestellt.

2. Betriebszeit:

Es ist zu rechnen 24 Stunden pro Tag - 3-Schichten-Betrieb, 300 Tage pro Jahr.

3. Es sind für ca. 75 Gefolgschaftsmitglieder Wohnungen zu bauen.

G) Arbeitseinsatz.

An Betriebsarbeitern sind zusätzlich erforderlich:

1. Angestellte:

a) kaufmännische: -
 b) technische: 2

2. Arbeiter:

a) Facharbeiter: ca. 20 Schlosser
 b) 75 Chemiewerker

Bag - Target
2733 - 0/4.11

H) Energiebedarf

Das vorhandene Kraftwerk der Zeche Welheim ist in der Lage, den notwendigen Dampf zu liefern. Für die elektrische Energieversorgung des Gesamtwerkes ist es aber ~~notwendig~~, einen vorhandenen Transformator gegen einen größeren auszutauschen, um elektrische Energie vom R.W.E. hereinzunehmen. Der Energie-Mehrverbrauch ist folgender:

Hochdruckdampf 3,0
Niederdruckdampf 3,5 - 1800 kW/h

J) Verkehrs- und Transportfragen.

Der Kohlenstaub gelangt mittels Staubwagen auf werkseigenen Bahngleisen zu der Anlage. Ebenso wird der Extrakt in Spezialwagen nach der Kokerei transportiert. Diese Transporte laufen innerhalb der eigenen Bahnanlagen.

R U H R Ö L G. m. b. H.

ppa

(H. Stahl)

R U H R Ö L G. m. b. H.
MTA R1/W1

B a g T a f e l
2733
Bottrop, den 28. September 1942 Ha.

Ergänzung zur Baureiferklärung für den
Ausbau der Elektrodenkoksanlage Stinnes
v. 22.7.42

Da nicht daran zu denken ist, im 3. Kriegswirtschaftsjahr 42 mit dem Bau zu be-
ginnen, entfällt die Ausfüllung des Antrages an G.B.Bau.

Für die Gesamtbauzeit sind folgende Daten anzunehmen:

Ter m i n e

B a u		Montage		Produktion	
Beginn	Ende	Beginn	Ende	Beginn	Voll
1.7.43	31.12.43	1.1.44	1.7.44	1.7.44	1.8.44

Betriebsbedarf

R o h s t o f f e / J a h r		E n e r g i e / J a h r	
Feinkohle	53000 to	Strom	13.10 ⁶ kW
		Kohle	15000 to
		Gas	87.10 ⁶ m ³ (1000 WE)
		Dampf	72000 to

A r b e i t e r		T r a n s p o r t m i t t e l / J a h r	
Metallfach-		Waggonldg. Eing.	-
Baufach-		Ausg.	-
Metallhilfs-			
Betriebs-	75		

Baubedarf

A r b e i t e r		T r a n s p o r t m i t t e l	
Metallfach-	62	Waggonldg.	800
Baufach-	150	Lastwagen	4
Metallhilfs-	30		
Bauhilfs	100		

Bag - 1 a i c t

2733

Die Deckung des Kohlebedarfes sowohl für Rohstoffe wie für Energiekohle ist bei den Zechen Mathias Stinnes I/II und III/IV gewährleistet.

Der Anstrichmittelbedarf beträgt ca 1 200 kg.

Wir haben Ihnen mit unserer Baureiferklärung bereits 1 Verfahrensschema und 1 Lageplan des Werkes eingereicht.

In der Anlage erhalten Sie ferner 1 Meßtischblatt mit dem eingezeichneten Fabrikgelände.

R U H R O L G. m. b. H.

ppa

ppa

Anlagen

1 Meßtischblatt

1 Luftschutzfragebogen

1 Prüfprotokoll des Spür-Ing. G. S. Bau

2733 - U/111

Luftschutzfragebogen zur Baureifeklärung

- A.
1. In der direkten Umgebung des Werkes befindet sich eine Zubringerstraße zur Autobahn, die aber bereits auf eine erhebliche Strecke abgetarnt ist.
Das Werk ist rings umgeben von Siedlungen, die aber nicht weiter auffallen.
 2. Die Elektrodenkoksanlage ist ein Bestandteil des Hydrierwerkes.
 3. Die Bebauungsdichte des eigentlichen Werksgeländes ist im Durchschnitt 25%. an einzelnen Stellen größer.
 4. Es ist bisher 1 Fertigungsgang vorhanden, der geplante kommt in unmittelbarer Nähe zur Aufstellung.
 5. Der Splitterschutz wird weitgehend durch Mauerwerk bewerkstelligt. Trümmer- und mechanischer Brandbombenschutz wird, soweit wie möglich, durchgeführt. Er ist aber bei derartigen Anlagen außerordentlich gering.
 6. Gegen Brandausbreitung werden, soweit angängig - Brandmauern und Auffangtassen vorgesehen.
 7. Die Betriebsbehälter für feuergefährliche Flüssigkeiten überschreiten die 50 cbm - Grenze nicht. Alle diese Behälter werden in Tassen aufgestellt und durch Splitterschutzwände gegeneinander gesichert.
 8. Die elektrische Energieversorgung ist in etwa durch den Anschluß an das RWB gesichert. - Die Dampfversorgung ist bei Ausfall des Kraftwerkes ebenfalls ausgeschaltet. - Die Sicherung für Kühlwasser ist durch verschiedene Leitungen von außen gegeben.

Bag Target
273.3 - 0/2. 1

- 9. Die Farnung des Werkes wird z. St. durchgeführt.
- 10. Die Verdunkelung ist im Alarmfalle eine totale.
Für die neu anzulegende Notbelegschaft sind Splitterschutz-
brunnen an den einzelnen Bedienungsstellen vorgesehen.

In Übrigen werden die am 6. 7. 42 herausgegebenen Richtlinien -
soweit wie möglich - berücksichtigt. - Es muß aber betont werden,
daß das Vorhaben eine Erweiterung in einem bestehenden Werk darstellt.

RUMSOLL G. m. b. H.

ppa

ppa

Bag Targ, 4

2733

Nachtrag zu der Berechnung der Herstellungskosten für Extrakt vom 17.7.42.

1. Anlagekapital usw.

In Fall I wurde mit einem Anlagekapital von 10 000 000.- RM gerechnet, in den Fällen II und III mit einem solchen von 17 000 000.- RM.

Für 1 t Extrakt ergeben sich unter Berücksichtigung von 12 % und 13 % Amortisation + Verzinsung in den Fällen I - III die folgenden Belastungen:

Anlagekapital	Belastung bei 12 % Amort.+Verzinsung	Belastung bei 13 % Amort.--+Verzins.
I RM 10 000 000.-	RM 40.--/t	RM 43,30/t
II RM 17 000 000.-	RM 31,40/t	RM 34.--/t
III RM 17 000 000.-	RM 27,20/t	RM 29,50/t

Bei der Zusammenstellung der Herstellungskosten wurden die vorstehenden Zahlen abgerundet eingesetzt.

Es scheint gerechtfertigt, das Anlagekapital von Fall I mit RM 7 000 000.- einzusetzen, da mit einer Anlagekapitalerhöhung um RM 7 000 000.- für die Fälle II und III die Extraktproduktion von 30 000 jato auf 65 000 bzw. 75 000 jato gesteigert, d.h. mehr als verdoppelt werden kann. Für 1 t Extrakt ergeben sich dann die folgenden Belastungen:

Anlagekapital	Belastung bei 12 % Amort.+Verzinsung	Belastung bei 13 % Amort.+Verzinsung
IV RM 7 000 000.-	RM 28.--/t	RM 30,30/t
V RM 14 000 000.-	RM 25,80/t	RM 28.--/t
VI RM 14 000 000.-	RM 22,40/t	RM 24,30/t

Für das Anlagekapital je t Extrakt wurden in den Fällen I - VI die folgenden Werte errechnet:

Bag Target

Anlagekapital (Gesamtsumme)	Extrakterzeugung	Anlagekapital/t Extrakt
I RM 10 000 000.-	30 000 jato	RM 333.-
II RM 17 000 000.-	65 000 jato	RM 261.-
III RM 17 000 000.-	75 000 jato	RM 227.-
IV RM 7 000 000.-	30 000 jato	RM 233.-
V RM 14 000 000.-	65 000 jato	RM 215.-
VI RM 14 000 000.-	75 000 jato	RM 187.-

2. Energien: Technische Daten.

Energien:	Fall I:	Fall II:	Fall III:
a) Heizgas ²⁾	2500 M ³ /t Extrakt ¹⁾	~21 70 M ³ /t Extrakt ¹⁾	~2170 M ³ /t Extrakt ¹⁾
b) Hochdruckdampf	1,3 t/t Extrakt	~1,1 t/t Extrakt	~1,0 t/t Extrakt
c) Niederdruckdampf ³⁾	~1,5 t/t Extrakt	~1,2 t/t Extrakt	~1,0 t/t Extrakt
d) Strom ⁴⁾	~390 Kwh/t Extrakt	~340 Kwh/t Extrakt	~300 Kwh/t Extrakt
e+f) Frischwasser + ⁵⁾ Rückkühlwasser	?	?	?

1.) M³ = m³ zu 1000 kcal (RM 0,003 pro m³).

2.) Der Wintermehrverbrauch ist als Mittelwert, auf das Gesamtjahr bezogen, einbegriffen (t 15 atü-Dampf zu RM 1,80).

3.) s. Bemerkung zu 2.): t 3 atü-Dampf zu RM 1,70.

4.) Kwh zu RM 0,0207.

5.) Genaue Messungen bisher nicht möglich; Kosten wurden geschätzt.

D' dr. H.: Dir. Dr. Broche,
Dir. Dr. Frese,
Obering. Richter,
Dr. Schmitz.

A k t e n n o t i z .

Betrifft: Einsatz von Mittelöl in die 700 atü-Sumpfhasekammern.

Bei den Versuchen der Ka.12, die Kohle mit dem aus der Hydrierung von Pech und Destillatprodukten gewonnenen Mittelöl zu extrahieren, hat sich gezeigt, daß das eingesetzte Mittelöl bereits nach 4-6 maligem Durchgang durch die Extraktionskammer ohne einen etwa 40 %igen Verschnitt mit frischem Öl ungeeignet ist. Es wurde deshalb versucht, durch gleichzeitige Zugabe von Wasserstoff zum Kohlebrei in der Ka.12 das Lösungsmittel soweit aufzuhydrieren, daß ein Aufschluß der Kohle ohne laufende Zuführung von frischem Lösungsmittel möglich ist. Bei diesen Versuchen trat bis jetzt stets eine schnelle Verstopfung der Kammer durch kugelige Absetzungen noch ungeklärter Herkunft ein, während nach den Ergebnissen der Kleinapparatur diese Fahrweise prinzipiell möglich ist. Ein anderer Weg zur Erzielung von Lösungsmittelmengen, die zur Produktion von ~ 70 000 jato Extrakt genügen, ist der folgende: Die zu einem Verschnitt von 40 % benötigte Mittelölmenge wird nach der Destillation in B.14 zum Einspritzprodukt der Sumpfhasekammern gegeben und kann nach der Hydrierung bei 700 atü und der Destillation in B.82 wieder als frisches A-Produkt an die Extraktion abgegeben werden. Bei dem hier zu beschreibenden Versuch mußte zunächst geklärt werden, ob es überhaupt möglich ist, die zur Erzeugung von 70 000 jato Extrakt benötigte Mittelölmenge von ~ 87 000 jato (1 t Extrakt benötigt unter Einschluß der Verluste bei 40 % Verschnitt und einer Ausbeute ~~von 68 % bezogen auf Trockenkohle~~ von 68 % bezogen auf Trockenkohle = ~ 1,25 t A-Mittelöl) in 2 Sumpfhasekammern zu erzeugen. Dieser Versuch wurde während der Zeit vom 5.1.43 - 16.1.43 an der Ka.108 gemacht, da die zweite Sumpfhasekammer 52 in Reparatur war und somit genügend Wasserstoff zur vollen Belastung einer Kammer zur Verfügung stand. Um Vergleichszahlen zu erhalten, wurde bis zum 12.1.43 das Destillat von B.14 zur Einspritzung der Ka.108 im Tanklager 18/19 gemaischt, während ab 13.1.43 das gleiche Einspritzprodukt ohne Zugabe von bereits zum Kohleaufschluß benutzten Mittelöl durch die 700 atü-Kammer gefahren wurde. Die Maische für die Sumpfhasekammer bestand aus 75 % Pech/15 % Destillat/10 % Heizöl, eine Mischung, wie sie ungefähr nach Inbetriebnahme von Stinnes III gefahren werden wird. Zu diesem Einspritzprodukt wurde bis zum 12.1.43 zusätzlich 15 % Mittelöl aus der Extraktion gegeben und die Produktion an Brutto- und Nettoabstreifer und an Mittelöl der Fraktion ab 200°C mit der Produktion vom 13.1.43 - 16.1.43 beim Einsatz ohne Mittelöl verglichen. Das Ergebnis zeigt die Tabelle 1.

Tabelle 1

Mittelölproduktion der Sumpfhasekammer 108 mit und ohne Einsatz von Extraktionsmittelöl vom 5.1.43 - 16.1.43; Einspritzprodukt: 75 % Pech/15 % Destillat/10 % Heizöl.

Einsatz	Eingesetztes Mittelöl	Brutto-Abstreifer	Netto-Abstreifer	Mi ab 185°	Mi ab 200°
	tato	tato	tato	tato	tato
mit 15% Extraktionsmittelöl	68	437	302	155	145
ohne Extraktionsmittelöl	-	390	315	98	90

Egg Target 2733

Nach diesen Ergebnissen wurden täglich mit einer Sumpfhasekammer 145 t Mittelöl ab 200°C siedend produziert, d.h., bei Betrieb von zwei Kammern würde die Jahresproduktion ~~von~~ $300 \times 290 = 87\ 000$ t Mittelöl betragen, eine Menge, die nach dem oben gesagten für eine Produktion von 70 000 jato Extrakt bei 40 % Lösungsmittelverschchnitt ausreichend ist.

Genügt die Tagesproduktion von 290 t Mittelöl, um neben der Extraktion auch die Gasphasekammern mit Mittelöl zu versorgen? Diese Frage kann auf Grund der folgenden Rechnung nicht bejahend beantwortet werden: Unter Annahme von 10 % Lösungsmittelverlusten (bez. auf A-Produkt) bei der Extraktion, wie sie nach Tabelle 2 im Jahresdurchschnitt 1942 durch die Betriebskontrolle festgestellt wurden, verbleiben 260 tato Mittelöl, von denen 135 t nach den Zahlen von Tabelle 1 in die Sumpfhasekammern eingesetzt werden müssen. Der Rest von 125 tato verbleibt als Einspritzprodukt für die Gasphase; hinzu kommen noch 65 tato Benzin, so daß als Einspritzung insgesamt 190 tato Mittelöl + Benzin zur Verfügung stehen. Bei 22,5 % Verlusten bez. auf Benzin ergibt sich somit eine Produktion von 155 tato = 46 500 jato Gasphase-Rohbenzin, d.h., die projektierten Zahlen von Stinnes III mit 52 000 jato Benzin werden nur zu 90 % erreicht.

Tabelle 2

Lösungsmittelverluste bei der Extraktion im Jahre 1942.

Fahrperiode	t Anmischöl	t Gewinn	t Verluste
22. 1.-10. 2.42	1 054,00	- -	52,75
2. 3.-10. 3.42	1 338,80	- -	7,61
10. 3.- 1. 4.42	776,40	- -	33,60
18. 4.- 1. 5.42	2 536,10	- -	35,08
1. 5.-10. 5.42	1 410,30	- -	60,00
10. 5.-20. 5.42	1 072,70	16,70	-
20. 5.-31. 5.42	2 111,00	29,31	-
31. 5.-10. 6.42	429,80	6,10	-
10. 6.-20. 6.42	2 307,90	-	52,10
20. 6.- 1. 7.42	2 238,60	-	20,75
1. 7.-12. 9.42	1 700,70	-	167,70
12. 9.-20.10.42	1 954,--	-	29,70
12.10.- 1.11.42	2 566,20	-	75,27
1.11.- 1.12.42	1 952,90	-	52,38
1.12.-31.12.42	5 302,00	-	198,41
	23 751,40	52,11	786,35
			52,11

Gesamt-Lösungsmittelverluste 1942. = 734,24 t

734 t Lösungsmittelverluste sind 2,55 % bez. auf das Anmischöl und 6,4 % bez. auf A-Produkt bei 40 % Verschmitt. Hinzu kommen noch die Lösungsmittelmengen, die als Rückstand in B.14 anfallen, so daß sich ein Gesamtverlust an Mittelöl von 10 % bez. auf A-Produkt ergibt. Diese relativ hohen Verluste können aber nach Angabe von Herrn Dr. Schmitz noch wesentlich gesenkt werden.

Zusammenfassend kann gesagt werden, daß durch die Zugabe von ~ 15 % Extraktionsmittelöl zum Einspritzprodukt der Sumpfhasekammern die Produktion von 87 000 jato Mittelöl = 70 000 jato Extrakt möglich ist. Die Sollproduktion von 180 000 jato Abstreifer nach Ausbau von Stinnes III wird gerade erreicht, da die Leistung der Kammer durch den Einsatz des Extraktionsmittelöls nach Tabelle 1 nur um 4 % zurückgeht. Nicht möglich ist dagegen die Sollproduktion von 52 000 t Benzin; diese Zahl kann nur zu 90 % erreicht werden.

D' dr. H.: Dir. Dr. Broche, Dir. Dr. Frese, O.I. Richter, Dr. Schmitz,
Dr. Schirmacher, Dr. Seipp.

Dr. Schirmacher

Abschrift: 9.6.1943 Ha.

Der Beauftragte für den Vierjahresplan
Reichskommissar für die Preisbildung
R f Pr. VI-153-2498/43^{II}

Berlin W 9, den 4. Juni 43
Leipziger Platz 7
Fernruf: 11 61 26

Auf die Eingabe des Herrn Hugo Stinnes vom 5. März 1943.

Betr.: Preis für Extrakt.

Auf Grund des § 2 des Gesetzes zur Durchführung des Vierjahresplanes - Bestellung eines Reichskommissars für die Preisbildung - vom 29. Oktober 1936 (RGBl. I S. 927) setze ich in Ergänzung meines Erlasses VI-153-2498/43 vom 13. Mai 1943 den Preis für Extrakt des Werkes Welheim zur Lieferung an die Elektroden- bzw. Aluminiumindustrie ebenfalls mit RM 180,-- je t frei Waggon Stinneszechen fest.

Soweit Sie den Extrakt an andere Abnehmer liefern, sind Sie berechtigt, im Einverständnis mit den Abnehmern einen Preis bis zu RM 280,-- je t in Rechnung zu stellen. Die jeweils getroffenen Preisvereinbarungen sind mir bekanntzugeben.

Die Anerkennung der Ihnen von mir genehmigten Preise von RM 180,-- je t für Extraktkoks und Extrakt als Einheitspreis im Sinne der Gesetzgebung über Gewinnabführung habe ich den Arbeitsstab vorge schlagen.

Im Auftrag

gez.: H e S

Beglaubigt

gez.: Matzke

Kanzleiangestellte

273 3 Target

R u h r 3 1 G.m.b.H.
Dr.Tho./Schz.

Bettrop, den 15. Juli 1943.

Herrn
Dir. Dr. Broche
Direktion.

Eag Target TV
2733 - 0741

Betrifft: Vergütung für Extraktionsrestkohle.

Seit einiger Zeit wird die im Bau 13a anfallende Restkohle der Kokskohle auf den Kokereien zugemischt und dort mit verkocht. Da dieses Verfahren sich ohne nennenswerte Schwierigkeiten durchführen läßt, hat die Kokerei entsprechend der angelieferten Restkohlenmenge ein tägliches Ausbringen an Koks aus dieser Kohle, ohne bisher der Ruhröl hierfür eine Vergütung gemacht zu haben.

Da die Verwertung der Restkohle über die Kokereien vorläufig als Dauerzustand zu betrachten ist, erscheint es angebracht, daß die Kokereien der Ruhröl für die Restkohle eine entsprechende Vergütung geben.

Wir schlagen vor, die wasserfreie, trockene Restkohle mit dem Preis des Koksgruses von RM 11,50 je Tonne zu vergüten, da hier qualitativ ein gewisser Vergleich möglich ist.

Bei Störungen in unserer Restkohlaufbereitungsanlage 13a sind wir gezwungen, mittelölhaltige Restkohle vorübergehend zur Kokerei zu geben. Damit entsteht im Extraktionsbetrieb ein großer Oberverlust und bei der nachfolgenden Destillation im I.C. Öl, ~~das~~ abgesehen von einer geringen Krackung im Kokeofen, auf den Kokereien wieder erscheint. Wir halten es für berechtigt, daß uns dieses Öl bezahlt wird.

Wenn es sich auch an und für sich um ein wesentlich höherwertiges Öl handelt, das wir mit der Restkohle abliefern, so ist anzumerken, daß über den Kokeofen gewisse Verluste durch Krackung auftreten und gewisse Unkosten wie z.B. für die Destillation, aufzuwenden sind. Um die Berechnung jedoch nicht unnötig kompliziert zu machen, schlagen wir vor, diese Faktoren sowohl bei der Ruhröl wie bei den Kokereien außer Acht zu lassen und der Einfachheit halber das Öl zum I.C.-Öl-Preis zu vergüten. Um ferner nicht dauernd Analysen machen zu lassen und für jeden Waggon Restkohle eine Rechnung durchzuführen, würde zweckmäßig bei Lieferung von Ölhaltiger Restkohle auf wasserfreie Kohle bezogen ein Ölgehalt von 25 % angenommen, sodaß sich der Preis für wasserfreie, Ölhaltige Kohle wie folgt zusammensetzen würde:

75 % Kohle zum Koksgruspreis von RM 11,50	=	RM	8,63
zugänglich 25 % Öl zu RM 110,- die Tonne	=	RM	27,50
	=	RM	36,13

Wir bitten um Ihr Einverständnis.

/: H. Dir. Dr. Bress
H. Dr. Schmitz
H. Prok. Manhenke
H. Dr. Thomas

Chemische Werke Hüls
G.m.b.H.,

M a r l Krs. Recklinghausen.

Fr
Bw

Dr. Bmn.

21.7.43

Dr. Bro./Po.

24. Juli 1943

Betrifft: Kohleextrakt.

Im Besitze Ihres Schreibens vom 21. ds. Mts.
stellen wir Ihnen gern 20 kg unseres Kohleextraktes
kostenlos für Versuchszwecke zur Verfügung mit der Bitte,
uns über die Eignung des Extraktes für den von Ihnen
vorgesehenen Zweck demnächst Nachricht zukommen zu lassen.

Glückauf und Heil Hitler!

R U H R Ö L G.m.b.H.
Hugo Stinnes Werke

Bag
2733 Target
O/4.1.1

Herrn Dir. Dr. Frese,
Prok. Manhenke

mit Bitte um Übermittlung von 20 kg Extrakt an Hüls.

Dr. Hüls

Dr. Bro./Po.

N o t i z

Essen, den 24.7.43

Betrifft: Bewertung von Extrakt.

Nach der Mitteilung der Reichsstelle für Kohle ist es der VAW möglich, durch Einsatz von 1.000 jato Extrakt eine Menge von 6.000 jato Pechkoks einzusparen.

Hiernach ergibt sich folgende Bewertung für Extrakt in diesem Falle:

Die jährliche Ersparnis errechnet sich bei einem Preis für Pechkoks von rd. $\text{₹ } 90.--/t$ bei 6.000 jato zu $\text{₹ } 540.000.--$.

Würde man diese durch den Extrakt sich ergebende Ersparnis zwischen Hersteller und Verbraucher im Verhältnis 50 : 50 teilen, so verbleiben für 1.000 jato Extrakt jährlich $\text{₹ } 270.000.--$, entsprechend einer Bewertung je t Extrakt von $\text{₹ } 270.--$ aus der jährlichen Ersparnis.

Der Extrakt wird in diesem Falle als Bindemittel benutzt. Bei einem Preis für Bindemittel (z.B. als Pech) von $\text{₹ } 45.--/t$ ergibt sich somit eine Bewertung des Extrakts in diesem Falle von $\text{₹ } 270.-- + 45.-- = \text{₹ } 315.--/t$.

Bei einer Bezahlung von $\text{₹ } 315.--/t$ Extrakt steht sich die VAW bezüglich des Bindemittels ($\text{₹ } 45.--$ je t Bindemittelpreis) nicht schlechter als bisher und erspart außerdem jährlich $\text{₹ } 270.000.--$.

D'dr.: H. Dir. Dr. Frese,
Prok. Manhenke.

Eag Target
2733 - 0/4.11

A b s c h r i f t

Bag Target
2733 - 0/4.11

Einschreiben !

Reichsamt für Wirtschaftsausbau
Abteilung L-Metalle,
z. H. d. Herrn Dr. N e u k i r c h ,

B e r l i n W. 9,
Saarlandstr. 128

30. Juli 1942.

Betr.: Zweiter Ausbau der Extraktion;
Extraktkoks.

Ihrer Aufforderung entsprechend werden wir unsere Extraktionsanlage in Welheim verdoppeln und überreichen Ihnen hiermit die erbetenen Baureifeerklärungen.

Wie am 1. ds. Mts. in Ihrem Hause mündlich besprochen, besteht das Gesamtbauvorhaben der Extraktion II aus zwei formal getrennten, der Sache nach eng zusammenhängenden Bauvorhaben, und zwar

- 1.) dem Bauvorhaben der Ruhröl G.m.b.H. für die Erstellung der erforderlichen Anlageteile in unserer Extraktions- und Hydrieranlage Welheim für die Verdoppelung der Extraktion und
- 2.) dem Bauvorhaben der Gewerkschaft Mathias Stinnes für die Erstellung der Kohlenmahl- und Trockenanlage sowie die Erstellung einer Generatorenanlage mit Leitungen zur Deckung des Heizgasbedarfes des neuen Gesamtbauvorhabens Extraktion II im Rahmen unserer Gaswirtschaft.

Die Erstellung einiger Anlageteile des Gesamtbauvorhabens Extraktion I auf der Zeche M.St. 1/2 ist im Rahmen einer rationellen Betriebsführung und Betriebswirtschaft unseres Gesamtunternehmens erforderlich.

So gehört gesamtbetrieblich die Mahlung und Trocknung der Extraktionskohle zur Kohlenaufbereitung und Kohlenwäsche auf der Zeche; außerdem wird hierdurch eine auf luftschütztechnischen Gründen untragbare Verdichtung der Anlageteile in Welheim vermieden.

30. Juli 1942

das Reichsamt für Wirtschaftsausbau, Berlin W. 9.

In gleicher Weise erfolgt die Deckung des Heizgasbedarfes der Extraktion II durch Erstellung von Schwachgasgeneratoren auf der Zeche M.St. 1/2 einschließlich der hierzu erforderlichen Leitungen, Armaturen usw. im Mittelpunkt unserer Gaswirtschaft, um hierdurch den Heizgasausfall für die in Karnap gelegenen Zechenbetriebe zu decken, der durch Zurückbehaltung der entsprechenden Restgasmengen in Welheim zur dortigen Beheizung der Extraktion II entsteht.

Die Teilung des Gesamtbauvorhabens in die beiden genannten Teilbauvorhaben ist nicht nur etwa deshalb erforderlich, weil es sich hier bei Firmen nach um zwei verschiedene Bauherren handelt, sondern muß im wesentlichen und grundsätzlich deshalb erfolgen, weil sich die Anlage Welheim in der Provinz Westfalen, die Zeche Mathias Stinnes 1/2 aber in Essen-Karnap, also im Rheinland, befinden. Ergänzend sei im übrigen bemerkt, daß in gleicher Weise der Ausbau unserer Hydrieranlage Stinnes III gleichfalls in zwei Bauvorhaben durchgeführt wird, nämlich einem Bauvorhaben der Ruhröl G.m.b.H. zwecks Erweiterung der Hochdruckanlage und einem Bauvorhaben der Gewerkschaft Mathias Stinnes zwecks Erstellung einer Batterie zur Deckung des neuen Bedarfes an Koksogas und Koks der Hydrieranlage.

Das Gesamtbauvorhaben Extraktion II umfaßt daher eine

Gesamtsumme von

Bauvorhaben Ruhröl G.m.b.H.	RM 4.970.000.--
Bauvorhaben Mathias Stinnes	RM 1.855.000.--
	Sa. RM 6.825.000.--

Es umfaßt ferner einen

Gesamteisenbedarf von

Bauvorhaben der Ruhröl G.m.b.H.	3.100 t Masch.Eisen	655 t Bau-Eisen
Bauvorhaben der Zeche M.St. 1/2	1.420 t Masch.Eisen	775 t Bau-Eisen
	4.520 t Masch.Eisen	11430 t Bau-Eisen

Eag Target
2733 - 0/4.11

30. Juli 1942

das Reichsamt für Wirtschaftsausbau, Berlin W. 9.

Der Aufwand für das Gesamtbauvorhaben Extraktion II für alle übrigen Teile ergibt sich aus Addition der entsprechenden Positionen aus dem Bauvorhaben der Gewerkschaft Mathias Stinnes und dem Bauvorhaben der Ruhröl-G.m.b.H.

In dem Bauborhaben der Ruhröl G.m.b.H. ist die Erweiterung des 110/5 kV-Anschlusses auf eine gesicherte Leistung von 30 MVA enthalten. Das Rheinisch-Westfälische-Elektrizitätswerk A.-G. macht uns darauf aufmerksam, daß freie Leistung bzw. elektrische Arbeit für den erhöhten Bezug von 12.000 kW aus dem RWE-Netz nicht mehr zur Verfügung steht und ein solcher von uns nur dann getätigt werden kann, wenn das Material zur Neuerstellung der von uns angeforderten elektrischen Leistung aus Ihrem Kontingent bereitgestellt wird. Als Richtzahl werden uns 150 kg Eisen pro von uns in Anspruch genommenes kW genannt. Die sich hieraus ergebende Eisenmenge ist in unserer Aufstellung nicht enthalten.

Wir bitten um baldmöglichste Genehmigung der beiden Baureiferklärungen und um Ihre gefl. Stellungnahme zu der Forderung des Rheinisch-Westfälischen Elektrizitätswerkes.

R U H R Ö L G. m. b. H.

gez. Unterschrift

Anlagen:

Baureiferklärung 6 x
Antrag G.B.Bau 4 x

D/dr.: Hugo Stinnes
Welheim
Betriebsdir. B l a s s

Bag Target
2733 / C/4.11

A b s c h r i f t

Einschreiben !

Reichsamt für Wirtschaftsausbau
Abteilung I-Metalle,
z. H. d. Herrn Dr. N e u k i r c h ,

B e r l i n W. 9,
Saarlandstr. 128

30. Juli 1942.

Betr.: Zweiter Ausbau der Extraktion;
Extraktkoks.

Ihrer Aufforderung entsprechend werden wir unsere Extraktionsanlage in Welheim verdoppeln und überreichen Ihnen hiermit die erbetenen Baureife-erklärungen.

Wie am l.ds.Mts. in Ihrem Hause mündlich besprochen, besteht das Gesamtbauvorhaben der Extraktion II aus zwei formal getrennten, der Sache nach eng zusammenhängenden Bauvorhaben, und zwar

- 1.) dem Bauvorhaben der Ruhröl -G.m.b.H. für die Erstellung der erforderlichen Anlageteile in unserer Extraktions- und Hydrieranlage Welheim für die Verdoppelung der Extraktion und
- 2.) dem Bauvorhaben der Gewerkschaft Mathias Stinnes für die Erstellung der Kohlenmahl- und Trockenanlage sowie die Erstellung einer Generatorenanlage mit Leitungen zur Deckung des Heizgasbedarfes des neuen Gesamtbauvorhabens Extraktion II im Rahmen unserer Gaswirtschaft.

Die Erstellung einiger Anlageteile des Gesamtbauvorhabens Extraktion II auf der Zeche M.St. 1/2 ist im Rahmen einer rationellen Betriebsführung und Betriebswirtschaft unseres Gesamtunternehmens erforderlich.

So gehört gesamtbetrieblich die Mahlung und Trocknung der Extraktionskohle zur Kohlenaufbereitung und Kohlenwäsche auf der Zeche; außerdem wird hierdurch eine auf luftschutztechnischen Gründen untragbare Verdichtung der Anlageteile in Welheim vermieden.

- 2 -

Eag Target
2733 - 0/4.11

30. Juli 1942

das Reichsamt für Wirtschaftsausbau, Berlin W. 9.

In gleicher Weise erfolgt die Deckung des Heizgasbedarfes der Extraktion II durch Erstellung von Schwachgasgeneratoren auf der Zeche M.St. 1/2 einschließlich der hierzu erforderlichen Leitungen, Armaturen usw. im Mittelpunkt unserer Gaswirtschaft, um hierdurch den Heizgasausfall für die in Karnap gelegenen Zechenbetriebe zu decken, der durch Zurückbehaltung der entsprechenden Restgasmengen in Welheim zur dortigen Beheizung der Extraktion II entsteht.

Die Teilung des Gesamtbauvorhabens in die beiden genannten Teilbauvorhaben ist nicht nur etwa deshalb erforderlich, weil es sich hier bei Firmen nach um zwei verschiedene Bauherren handelt, sondern muß im wesentlichen und grundsätzlich deshalb erfolgen, weil sich die Anlage Welheim in der Provinz Westfalen, die Zeche Mathias Stinnes 1/2 aber in Essen-Karnap, also im Rheinland, befinden. Ergänzend sei im übrigen bemerkt, daß in gleicher Weise der Ausbau unserer Hydrieranlage Stinnes III gleichfalls in zwei Bauvorhaben durchgeführt wird, nämlich einem Bauvorhaben der Ruhröl G.m.b.H. zwecks Erweiterung der Hochdruckanlage und einem Bauvorhaben der Gewerkschaft Mathias Stinnes zwecks Erstellung einer Batterie zur Deckung des neuen Bedarfes an Koksofengas und Koks der Hydrieranlage.

Das Gesamtbauvorhaben Extraktion II umfaßt daher eine

Gesamtsumme von

Bauvorhaben Ruhröl G.m.b.H.	RM 4.970.000.--
Bauvorhaben Mathias Stinnes	RM 1.855.000.--
	Sa. RM 6.825.000.--

Es umfaßt ferner einen

Gesamteisenbedarf von

Bauvorhaben der Ruhröl G.m.b.H.	3.100 t Masch.Eisen	655 t Bau-Eisen
Bauvorhaben der Zeche M.St.1/2	1.420 t Masch.Eisen	775 t Bau-Eisen
	4.520 t Masch.Eisen	1430 t Bau-Eisen

Egg
2733 - Target
0/4.71

30. Juli 1942

das Reichsamt für Wirtschaftsausbau, Berlin W. 9.

Der Aufwand für das Gesamtbauvorhaben Extraktion II für alle übrige Teile ergibt sich aus Addition der entsprechenden Positionen aus dem Bauvorhaben der Gewerkschaft Mathias Stinnes und dem Bauvorhaben der Ruhröl-G.m.b.H.

In dem Bauborhaben der Ruhröl G.m.b.H. ist die Erweiterung des 110/5 kV-Anschlusses auf eine gesicherte Leistung von 30 MVA enthalten. Das Rheinisch-Westfälische-Elektrizitätswerk A.-G. macht uns darauf aufmerksam, daß freie Leistung bzw. elektrische Arbeit für den erhöhten Bezug von 12.000 kW aus dem RWE-Netz nicht mehr zur Verfügung steht und ein solcher von uns nur dann getätigt werden kann, wenn das Material zur Neuherstellung der von uns angeforderten elektrischen Leistung aus Ihrem Kontingent bereitgestellt wird. Als Richtzahl werden uns 150 kg Eisen pro von uns in Anspruch genommenes kW genannt. Die sich hieraus ergebende Eisenmenge ist in unserer Aufstellung nicht enthalten.

Wir bitten um baldmöglichste Genehmigung der beiden Baureiferklärungen und um Ihre gefl. Stellungnahme zu der Forderung des Rheinisch-Westfälischen Elektrizitätswerkes.

R U H R Ö L G. m. b. H.

gez. Unterschrift

Anlagen:

Baureiferklärung 6 x
Antrag G.B.Bau 4 x

D/dr.: Hugo Stinnes
Welheim
Betriebsdir. B l a s s

Eag
2733 - Target
O/4.11

A b s c h r i f t

Einschreiben !

Reichsamt für Wirtschaftsausbau
Abteilung L-Metalle,
z. H. d. Herrn Dr. N e u k i r c h ,

B e r l i n W. 9,
Saarlandstr. 128

30. Juli 1942.

Betr.: Zweiter Ausbau der Extraktion;
Extraktkoks.

Ihrer Aufforderung entsprechend werden wir unsere Extraktionsanlage in Welheim verdoppeln und überreichen Ihnen hiermit die erbetenen Baureife-erklärungen.

Wie am l.ds.Mts. in Ihrem Hause mündlich besprochen, besteht das Gesamtbauvorhaben der Extraktion II aus zwei formal getrennten, der Sache nach eng zusammenhängenden Bauvorhaben, und zwar

- 1.) dem Bauvorhaben der Ruhröl G.m.b.H. für die Erstellung der erforderlichen Anlageteile in unserer Extraktions- und Hydrieranlage Welheim für die Verdoppelung der Extraktion und
- 2.) dem Bauvorhaben der Gewerkschaft Mathias Stinnes für die Erstellung der Kohlenmahl- und Trockenanlage sowie die Erstellung einer Generatorenanlage mit Leitungen zur Deckung des Heizgasbedarfes des neuen Gesamtbauvorhabens Extraktion II im Rahmen unserer Gaswirtschaft.

Die Erstellung einiger Anlageteile des Gesamtbauvorhabens Extraktion II auf der Zeche M.St. 1/2 ist im Rahmen einer rationellen Betriebsführung und Betriebswirtschaft unseres Gesamtunternehmens erforderlich.

So gehört gesamtbetrieblich die Mahlung und Trocknung der Extraktionskohle zur Kohlenaufbereitung und Kohlenwäsche auf der Zeche; außerdem wird hierdurch eine auf luftschutztechnischen Gründen untragbare Verdichtung der Anlageteile in Welheim vermieden.

Egg
2733 - Target
U/4.11

30. Juli 1942

das Reichsamt für Wirtschaftsausbau, Berlin W. 9.

In gleicher Weise erfolgt die Deckung des Heizgasbedarfes der Extraktion II durch Erstellung von Schwachgasgeneratoren auf der Zeche M.St. 1/2 einschließlich der hierzu erforderlichen Leitungen, Armaturen usw. im Mittelpunkt unserer Gaswirtschaft, um hierdurch den Heizgasausfall für die in Karnap gelegenen Zechenbetriebe zu decken, der durch Zurückbehaltung der entsprechenden Restgasmengen in Welheim zur dortigen Beheizung der Extraktion II entsteht.

Die Teilung des Gesamtbauvorhabens in die beiden genannten Teilbauvorhaben ist nicht nur etwa deshalb erforderlich, weil es sich hier der Firmen nach um zwei verschiedene Bauherren handelt, sondern muß im wesentlichen und grundsätzlich deshalb erfolgen, weil sich die Anlage Welheim in der Provinz Westfalen, die Zeche Mathias Stinnes 1/2 aber in Essen-Karnap, also im Rheinland, befinden. Ergänzend sei im übrigen bemerkt, daß in gleicher Weise der Ausbau unserer Hydrieranlage Stinnes III gleichfalls in zwei Bauvorhaben durchgeführt wird, nämlich einem Bauvorhaben der der Ruhröl G.m.b.H. zwecks Erweiterung der Hochdruckanlage und einem Bauvorhaben der Gewerkschaft Mathias Stinnes zwecks Erstellung einer Batterie zur Deckung des neuen Bedarfes an Koksofengas und Koks der Hydrieranlage.

Das Gesamtbauvorhaben Extraktion II umfaßt daher eine

Gesamtsumme von

Bauvorhaben Ruhröl G.m.b.H.	RM 4.970.000.--
Bauvorhaben Mathias Stinnes	RM 1.855.000.--
	Sa. RM 6.825.000.--

Es umfaßt ferner einen

Gesamteisenbedarf von

Bauvorhaben der Ruhröl G.m.b.H.	3.100 t Masch.Eisen	655 t Bau-Eisen
Bauvorhaben der Zeche M.St. 1/2	1.420 t Masch.Eisen	775 t Bau-Eisen
	4.520 t Masch.Eisen	1430 t Bau-Eisen

Eag
2733
Target
0/4.11

30. Juli 1942

das Reichsamt für Wirtschaftsausbau, Berlin W. 9.

Der Aufwand für das Gesamtbauvorhaben Extraktion II für alle übrigen Teile ergibt sich aus Addition der entsprechenden Positionen aus dem Bauvorhaben der Gewerkschaft Mathias Stinnes und dem Bauvorhaben der Ruhröl-G.m.b.H.

In dem Bauvorhaben der Ruhröl G.m.b.H. ist die Erweiterung des 110/5 kV-Anschlusses auf eine gesicherte Leistung von 30 MVA enthalten. Das Rheinisch-Westfälische-Elektrizitätswerk A.-G. macht uns darauf aufmerksam, daß freie Leistung bzw. elektrische Arbeit für den erhöhten Bezug von 12.000 kW aus dem RWE-Netz nicht mehr zur Verfügung steht und eine solcher von uns nur dann getätigt werden kann, wenn das Material zur Neuerstellung der von uns angeforderten elektrischen Leistung aus Ihrem Kontingent bereitgestellt wird. Als Richtzahl werden uns 150 kg Eisen pro von uns in Anspruch genommenes kW genannt. Die sich hieraus ergebende Eisenmenge ist in unserer Aufstellung nicht enthalten.

Wir bitten um baldmöglichste Genehmigung der beiden Baureiferklärungen und um Ihre gefl. Stellungnahme zu der Forderung des Rheinisch-Westfälischen Elektrizitätswerkes.

R U H R Ö L G. m. b. H.

gez. Unterschrift

Anlagen:

Baureiferklärung 6 x
Antrag G.B.Bau 4 x

D/dr.: Hugo Stinnes
Welheim
Betriebsdir. B l a s s

Eag
2733 - Target
O/4.11

A b s c h r i f t

RUHRÖL G. m. b. H.
M T A Ri/Kn

Bottrop, den 22.7.1942

Unterlagen zur Baureiferklärung für den
Ausbau der Elektrodenkoksanlage Stinnes.
=====

Der Ausbau der Anlage zerfällt in zwei voneinander zu trennende Bauvorhaben.

- 1) Der Ausbau der Anlage Welheim der Ruhröl G.m.b.H.
- 2) Hierzu notwendige Neuanlagen auf der Anlage der Zeche Mathias Stinnes I/II der Gewerkschaft Mathias Stinnes.

I.) Bauvorhaben auf der Anlage Welheim der Ruhröl G.m.b.H.:

A) Allgemeine Angaben.

1. Name u. Bezeichnung der Anlage:	Ruhröl G.m.b.H. Hugo Stinnes Werke
Anschrift:	Bottrop-Boy i.W.
Fernruf:	Essen: 51921 Bottrop: 3283
2. Standort der Anlage:	Zeche Vereinigte Welheim, Bottrop-Boy
3. Bauherr:	Ruhröl G.m.b.H.
4. Sachbearbeiter für die Baudurchführung:	Richter

B) Kapazität der bereits bestehenden Anlage.

36 000 Jato Extrakt = 25 000 Jato Elektrodenkoks
Kapazität des Werkes nach Durchführung des Bauvorhabens 72 000 Jato Extrakt = 50 000 Jato Elektrodenkoks. Die Betriebstage pro Jahr sind mit 300 eingesetzt.

Begründung:

Die Erhöhung der Produktion an Elektrodenkoks.

- 2 -

Egg
2733
Target
U/4-1-1

C) Herstellung von Steinkohleextrakt.

Unter Kohleextrakt versteht man eine auf chemischem Wege aus Steinkohle hergestellte, aschefreie Substanz mit einem Schmelzpunkt von 220-240° und evtl. höher. Die Herstellung geschieht nach folgendem Verfahren:

Steinkohle wird gemahlen und getrocknet, mit einem aus einer Kohlehydrierung gewonnenen Mittelöl in einem bestimmten Verhältnis gemischt und ohne oder mit geringer Zugabe von Wasserstoff bei einem Druck von ca. 150 Atm. auf eine Temperatur von 400° oder auch höher eine gewisse Zeit erhitzt. Während dieser Erhitzung wird die Kohle aufgeschlossen. Bei Auflösung der Kohle entstehen aus dieser aber auch gleichzeitig geringe Mengen an Gas und Öl. Bei der Entspannung von 150 Atm. auf 1 Atm. Druck werden deshalb folgende Produkte erhalten:

1. Ein Gemisch von Öl mit aufgeschlossener, aufgelöster Kohle + Restkohle (Asche + nicht abgebaute nichtgelöste Kohle)
2. Kohleöle
3. Gase (Wasserstoff, Mehtan etc.)
4. Reaktionswasser

Das Produkt unter 1. wird Rohaufschluß genannt. Dieser Rohaufschluß wird nun durch Filtration getrennt in aschefreie Kohle - Extrakt + Mittelöl einerseits und andererseits in Restkohle + geringen Mengen Mittelöl. Die Filtration findet unter Druck statt bei einer Temperatur von 150°. Das Produkt Extrakt + Mittelöl wird als Reinfiltrat bezeichnet. Durch kontinuierliche Destillation wird hieraus der Extrakt gewonnen. Die Restkohle wird in Trockentrommeln vom Mittelöl befreit.

Bei dem Verfahren wird das Mittelöl zum größten Teil im Kreislauf gefahren. 20-40% des Mittelöl werden durch frisches Mittelöl aus der Kohlehydrierung ersetzt, während die gleiche abgezogene Menge in die Hydrierung zur Weiterverarbeitung zurückkehrt. Hiermit werden auch die in geringer Menge anfallenden Kohleöle abgezogen und der Hydrierung zugeführt. Das anfallende Gas wird als Heizgas verwendet.

Der Extrakt wird dann in normalen Koksofenbatterien verkocht, wobei ca. 70% Elektrodenkoks und 30% Teeröl und Gas anfallen.

D) Unbedenklichkeitserklärungen werden nachgereicht.

E) Bautechnische Angaben:

1.) Folgende Anlageteile sind neu zu erstellen bzw. zu erweitern:

Aus Zweckmäßigkeitsgründen wird die Kohle nicht mehr auf der Anlage der Ruhröl G.m.b.H. getrocknet und gemahlen, sondern auf der Zeche Mathias Stinnes I/II. Die bestehende Anlage bleibt als Reserve erhalten.

Bau 10

Egg Target
2733 - 3 - 0/4.11

- Die getrocknete Kohle wird mittels Staubwagen von Stinnes I/II nach Welheim gefahren und dort in die vorhandenen Trockenkohlebunker mittels Kohlen-säure gefördert. Da die vorhandenen Bunker nicht ausreichen, müssen zwei weitere in diesem Bau errichtet werden. Die Anmischung des Kohlenbreies bleibt in diesem Bau. Der
- Bau 11 muß erweitert werden, um drei weitere Kohlebreipressen unterzubringen. Um die Vorratshaltung an Kohlebrei zu vergrößern, werden vor diesem Bau auf der Westseite 2 Behälter mit je 100 cbm und die nötigen Pumpen dazuaufgestellt. Für die Verarbeitung der größeren Kohlebreimengen wird eine zweite Rohaufschlußkammer errichtet, die aber eine größere Leistung besitzen wird. Die Kammer
- Bau 112 kommt westlich der vorhandenen zur Aufstellung. Der vorhandene Filterraum mit seinen Einrichtungen erlaubt es nicht, weitere Filter dort aufzustellen. Es wird deshalb nördlich davon ein neuer
- Bau 113 erstellt, der 4 Filter, 3 Drehtrommeln und die notwendigen Behälter enthält. Die Destillation
- Bau 15 muß ebenfalls erweitert werden. Die Neubauten hierzu bestehen aus je einer weiteren Vorderstillation und einer Nachdestillation
- Bau 115 mit den zugehörigen Vorratsbehältern und Vakuumgefäßen. Ferner Bunkerung und Abtransport der Restkohle zum Kesselhaus einschließlich Mischschneek und Entstaubungsanlage im Kesselhaus; Erweiterung des vorhandenen 10/5 KV R.W.E.-Anschlusses um 12 MV auf 30 MVA gerichtete Leistung und Verstärkung der Überleitungen vom Schalthaus I zum Schalthaus II.

2.) Bauzeit wird unter den heutigen Verhältnissen auf 2 Jahre gesetzt.

3.) Bau- und Montagearbeiter:

Bauarbeiter	145
Montagearbeiter	80

4.) Kostenangaben:

1. Gesamtinvestierung RM 4 970 000.-
2. Die Finanzierung wird gesichert. Die Mittel werden durch die Ruhröl G.m.b.H. beschafft. (R.W.E.-Anteil 265 000.- RM)
3. Veranschlagte Baukosten:
 - a) für den bautechn. Teil RM 1 083 000.-
 - b) " " masch.-Techn. Teil RM 3 887 000.-(einschließl. R.W.E.-Anteil)

Leg
2733
Target
0/4.11

5.) Materialbedarf:

a) Gesamtmenge an Maschineneisen: 3 100 t
Baueisen: 655 t und zwar
im 4. Quartal 1942 2 000 t Masch.Eisen
455 t Baueisen
im 1. Quartal 1943 1 000 t Masch.Eisen
200 t Baueisen

b) NE - Metalle:

Aluminium	29 000 kg
Alu.-Legierung	450 kg
Kupfer	20 000 kg
Blei	49 000 kg
Silumin	1 010 kg
Messing	850 kg
Zink-Legierung	150 kg
Walzzink	10 kg
Lötzinn	120 kg
Bronze	485 kg
Silber	280 kg

F) 1. Betriebstechnische Angaben:

Für die Erzeugung von 72 000 Jato Extrakt bzw. 50 000 Jato Elektrodenkoks werden 106 000 Jato Trockenkohle benötigt. Außerdem eine gewisse Menge Wasserstoff, deren Höhe noch nicht feststeht. Diese Wasserstoffmenge ist aber ohne weiteres aus der vorhandenen Hydrieranlage abzuzweigen, sodaß hierfür keine neuen Anlagen notwendig sind. Der Bezug der Trockenkohle ist durch die Gewerkschaft Mathias Stinnes sichergestellt.

2. Betriebszeit:

Es ist zu rechnen 24 Stunden pro Tag - 3-Schichten-Betrieb, 300 Tage pro Jahr.

3. Es sind für ca. 75 Gefolgschaftsmitglieder Wohnungen zu bauen

G) Arbeitseinsatz.

An Betriebsarbeitern sind zusätzlich erforderlich:

1. Angestellte:

a) kaufmännische: -
b) technische: 2

2. Arbeiter:

a) Facharbeiter: ca. 20 Schlosser
b) 75 Chemiewerker

Bag Target
27331 - 0/4.11

H) Energiebedarf

Das vorhandene Kraftwerk der Zeche Welheim ist in der Lage, den notwendigen Dampf zu liefern. Für die elektrische Energieversorgung des Gesamtwerkes ist es aber notwendig, einen vorhandenen Transformator gegen einen größeren umzutauschen, um elektrische Energie vom R.W.E. hereinzunehmen. Der Energie-Mehrverbrauch ist folgender:

Hochdruckdampf 3,0
Niederdruckdampf 3,5 1800 kW/h

J) Verkehrs- und Transportfragen.

Der Kohlenstaub gelangt mittels Staubwagen auf werkseigenen Bahngleisen zu der Anlage. Ebenso wird der Extrakt in Spezialwagen nach der Kokerei transportiert. Diese Transporte laufen innerhalb der eigenen Bahnanlage.

R U H R Ö L G. m. b. H.

gez. Unterschriften

ppa

II. Bauvorhaben der Gewerkschaft Mathias Stinnes für die Erstellung der Kohlen- Mahl- und Trockenanlage, sowie einer Gaserzeugeranlage mit Leitungen zur Deckung des Heizgasbedarfes des Gesamtbauvorhabens Extraktion II (vergl. beiliegenden Lageplanabschnitt).

A) Allgemeine Angaben.

1. Name u. Bezeichnung der Anlage: Gewerkschaft Mathias Stinnes
Anschrift: Essen, Viehoferstr. 46
Fernruf: Essen 51941
2. Standort der Anlage: Zeche Mathias Stinnes I/II/V
in Essen-Karnap
3. Bauherr: Gewerkschaft Mathias Stinnes
4. Sachbearbeiter für die Bau-
durchführung: Rummel, Blaß

B) Kapazität der bereits bestehenden Anlage.

Siehe Bemerkung zu I B.

Auf unserer Zeche Mathias Stinnes I/II/V sind bisher noch keine Anlagenteile, welche für die Extraktgewinnung der Ruhröl benötigt werden, vorhanden.

Begründung:

Siehe Bemerkung unter I B.

C) Herstellung von Steinkohleextrakt.

Ausführliche Erklärung siehe unter I C.

Die auf unserer Zeche Mathias Stinnes I/II/V zu errichtenden Anlagenteile dienen lediglich zur Herstellung der für die Extraktion notwendigen gemahlten Feinkohle und zur Deckung des Heizgasbedarfes.

Eag Target
2733 0/4.11

D) Unbedenklichkeitserklärungen werden nachgereicht.

E) Bautechnische Angaben (siehe auch Erklärungen unter I E).

1. Folgende Anlagenteile sind neu zu erstellen:

Bauteil 1: Gebäude der Kohlen- Mahl- und Trockenanlage. Das Gebäude erhält eine Grundfläche von etwa 22 x 18 m und wird in ausgemauerter Stahlkonstruktion ausgeführt. Diese Bauweise ist notwendig, da das Gebäude im Bergschädengebiet errichtet wird. Zur Aufstellung gelangen 2 Mahl- und Trockenaggregate von je 15 t maximaler Leistung an Trockenkohle mit den zugehörigen elektrischen Einrichtungen und Schaltanlagen. Innerhalb des Gebäudes werden die Bunker für Rohkohle und Fertighohle untergebracht. Für die Entstaubung der abgehenden Bränden sind Elektrofilter vorgesehen.

Bauteil 2: 2 Trafzellen mit anschließender Niederspannungsverteilungsanlage zur Unterbringung von 2 Transformatoren von je 500 kVA, 5000/220 Volt. Ausführung Ziegelmauerwerk.

Bauteil 3: Gleisanlage.

Bauteil 4: Neuer Kalkschuppen als Ersatz für den Kalkschuppen der Ammoniakfabrik, welcher der neuen Gleisanlage im Wege steht. Ausführung Ziegelmauerwerk.

Bauteil 5: Klärbeckenanlage für das Abwasser der Ammoniakfabrik als Ersatz für ein vorhandenes Klärbecken, das dem Bauteil 2 im Wege steht. Ausführung Ziegelmauerwerk.

Bauteil 6: Fundamente zu Lagerbehälter und Änderung einer vorhandenen Unterstützungsstruktur. Die Lagerbehälter liegen z. Zt. an den späteren Standorten der Bauteile 1 und 3 und müssen daher verlegt werden.

Bauteil 7: Steinschuppen in Holzkonstruktion. Der Steinschuppen ist vorhanden und muß aus demselben Grunde, wie bei Bauteil 6 angegeben, verlegt werden. Erforderlich sind die Fundamente und die beim Abbruch und Wiederaufbau des Schuppens abhängig werdenden Holzteile.

Eag Target - 8 -
2733 - 0/4.1.1

Bauteil -8: Koksunker in ausgemauerter Stahlkonstruktion mit dazugehörigem Laufkran zum Bunkern von Koks für die Gaserzeugeranlage.

Bauteil 9: Fundamente für 2 Drehrostgaserzeuger und die dazugehörigen Gaskühler und Gasgebläse. Die Generatoren werden in ein vorhandenes Gebäude gestellt.

Bauteil 10: Kühlwasserklärbecken mit einer Grundfläche von 20 x 8 m. Ausrührung Ziegelmauerwerk.

Bauteil 11: Wasserrückkühlanlage mit Kühlwasserbecken von 40 x 10 m und dem dazugehörigen Rieselaufbau in Holzkonstruktion.

Bauteil 12: Fundament für Rohrleitungsstützen.

2. Bauzeit wird unter den heutigen Verhältnissen auf 2 Jahre gesetzt.

3. Bau- und Montagearbeiter: Bauarbeiter 150
Montagearbeiter: 80

4. Kostenangeben:

a) Gesamtinvestierung RM 1,855,000,-

b) Die Finanzierung ist gesichert. Die Mittel werden durch die Gewerkschaft Mathias Stinnes bereitgestellt.

c) Veranschlagte Baukosten

für den Bautechnischen Teil RM: 545.000.-

" " maschinentechnischen Teil RM: 1.310.000.-

5. Materialbedarf

a) Gesamtmenge an Maschineneisen: 1 420 t

" " Baueisen: 775 t

b) NE - Metalle:

Aluminium	2 795 kg	Thermit	550 kg
Kupfer	3 920 kg	Lötzinn	35 kg
Chrom	-	Silumin	320 kg
Blei	2 920 kg	Silizium	70 kg
Aluminium-Leg.	35 kg	Cadmium	2 kg
Messing	970 kg	Wolfram	2 kg
Bronze	270 kg	Nickel	9 kg
Zink	105 kg	Nickel-Leg.	1 kg
Zink-Leg.	70 kg	Silber	60 gr.
Zinn	0,20 kg		

F) 1. Betriebstechnische Angaben:

Vergleiche auch Erklärung zu I F.

Von der Kohlen- Mahl- und Trockenanlage müssen 106 000 Jato Trockenkohle in 300 Arbeitstagen geliefert werden. Der arbeitstägliche Bedarf beträgt also rd. 355 t.

In der Gaserzeugeranlage werden zur Deckung des Heizgasbedarfes jährlich 22 000 t vergast.

2. Betriebszeit:

Für die Kohlen- Mahl- und Trockenanlage ist 300 Tage im Jahr mit 2-Schichten-Betrieb - 16 Arbeitsstunden - zu rechnen. Die

3. Schicht ist Reparaturschicht. Die Leistung der beiden Mahl- und Trocken-Aggregate ist mit je 15 t/h so bemessen, daß im Störungsfalle mit einer Anlage bei 24-Stundenbetrieb der gesamte Staubbedarf für die Extraktionsanlage geliefert werden kann.

Für die Gaserzeugeranlage ist mit einer Betriebszeit von 24 Stunden pro Tag - 3-Schichten-Betrieb - 300 Tage im Jahr zu rechnen.

3. Es sind für 15 Gefolgschaftsmitglieder Wohnung zu bauen.

G) Arbeitseinsatz.

An Betriebsarbeitern sind zusätzlich erforderlich:

1. Angestellte:

- a) kaufmännische
- b) technische

2. Arbeiter:

- a) Facharbeiter: 5 Maschinisten und Hilfsmaschinisten
3 Schlosser
- b) Hilfsarbeiter: 7

H) Energiebedarf:

Der Bedarf an elektrischer Leistung beträgt 1400 kW, er wird vom Kraftwerk Welheim bzw. aus der erweiterten RWE- Station (vergl. Bemerkung I H) gedeckt.

I) Verkehrs- und Transportfragen:

Vergleiche Erklärung unter I J.

Für den Transport des Kohlenstaubes sind 16 Kohlenstaubwagen mit je 25 t Ladefähigkeit und für den Transport des Extraktes 8 Selbstentladewagen mit je 25 t Ladefähigkeit erforderlich.

Gewerkschaft Mathias Stinnes
Die Direktion
gez. Unterschriften

2/33LE
Egg
Targat
0/4.11

R u h r & I G. m. b. H.
KA Man/Na.

TV
Bottrop, den 20. August 1943

A k t o n n o t i z
=====

Betr.: Gruppenpreis für Elektrodoskete und Extrakt.
Bearbeitung in Berlin am 17. und 18.8.43.

Aufgrund des obigen Preisbescheides habe ich mit Herrn Amtsrat
B r e i t s a m e t e r in dieser Angelegenheit Rücksprache
genommen. Herr Breitsameter erklärte mir, daß von seiner Seite
aus keine Einwendungen dagegen erhoben würden, wenn wir den
Preis für obiges Produkt ab 1.1.42 erhalten bzw. beantragen
würden. Er empfahl mir, eine Klarstellung durch den Preis-
kommissar herbeizuführen, von welcher Abteilung aus diese An-
gelegenheit grundsätzlich bearbeitet werden soll.

Nach Rücksprache mit den Sachbearbeiter des Preiskommissars,
Abteilung 6, Herrn H u m m e l und des Arbeitstabs für
Gruppenpreise, Herrn Rechtsanwalt Dr. R o e s e n, wurde
mir erklärt, daß grundsätzlich nichts dagegen einzuwenden sei,
daß das Reichsluftfahrtministerium diesen Preis genehmige.

Um den Gruppenpreis ab 1.1.42 zu erhalten, müssen wir den Antrag
stellen, daß der Preis von RM 100,- je to ab 1942 gewährt wird.

Ich schlage vor, die Ausarbeitung vorzunehmen und mit diesen
Unterlagen zunächst zu Herrn Amtsrat B r e i t s a m e t e r,
dann zu den angeführten Stellen beim Preiskommissar hinaufzuführen,
um mit diesen Herren die Sache durchzusprechen bzw. endgültig
zu erledigen.

Bag Target
2733 - 0/4.11

Bottrop, den 18.8.1943 Ha.

K o s t e n a n s c h l a g

für die Aufstellung einer Regenerationskammer für Extraktmittelöl (700 atü)

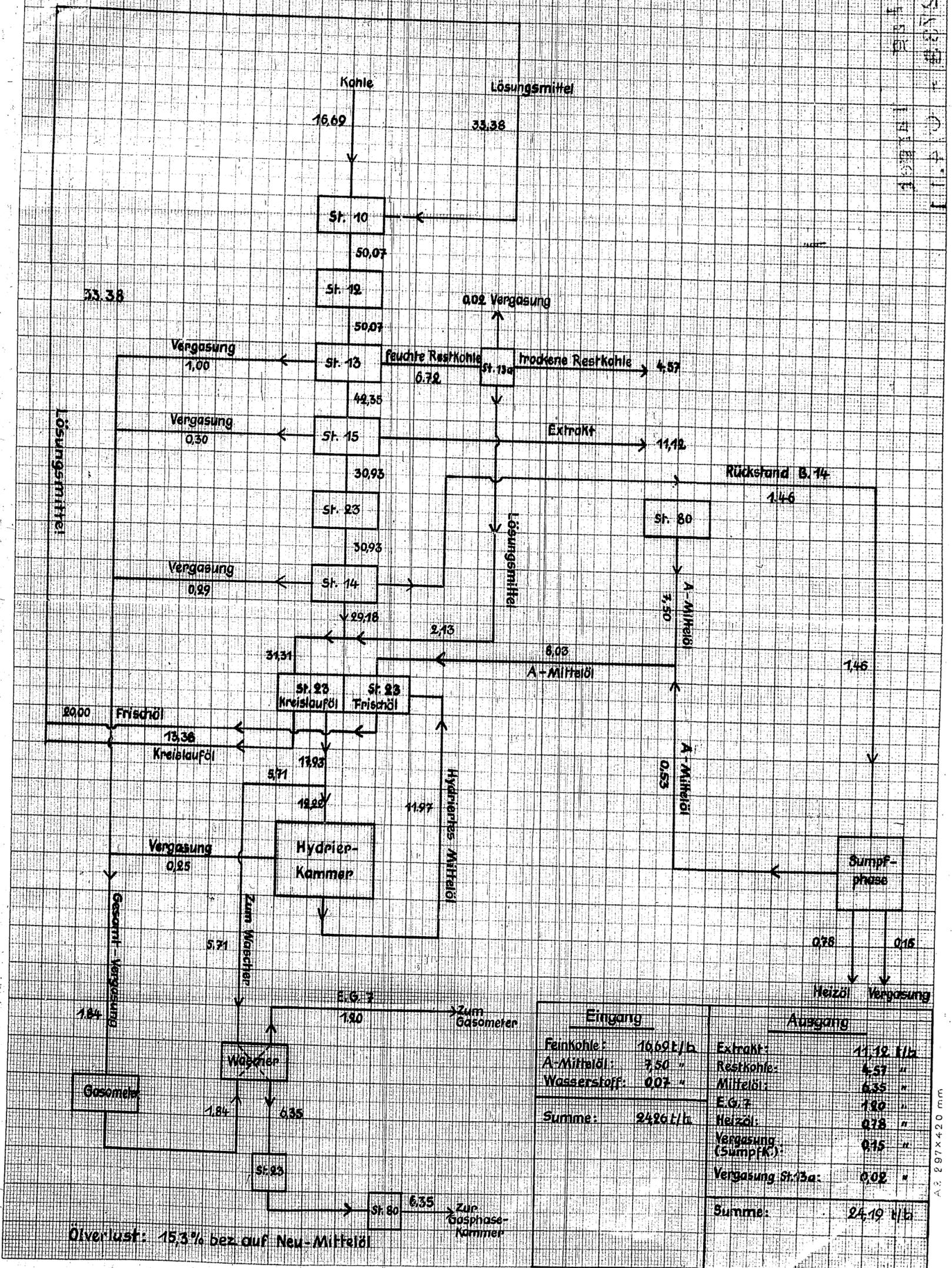
Preise roh geschätzt, da Aufstellungsort und Verbindung mit vorhandenen Anlagen unbekannt.

1 Kammer mit Rohrbrücken	200 000,-- RM.
1 Maschinenhaus m. Bedienungsraum	100 000,-- "
1 Gasvorheizermantel mit Ausmauerung	150 000,-- "
1 Schalthaus	3 000,-- "
2 Ofenmäntel 1000 ϕ x 18 m kompl. je 310 000,-- RM.	620 000,-- "
2 Regeneratoren 500 ϕ x 12 m	202 000,-- "
2 Ofenuntersätze	5 600,-- "
2 Reg.-Untersätze	5 000,-- "
Ausrüstung für den Gasvorheizer = 25 Haarnadeln NW 90-N8 (13 M.Volt=270°C) Doppelbogen u. Schrauben etc.	200 000,-- "
2 Wälzgasgebläse Schiele-Type 1162	27 960,-- "
2 Motoren+Schalter	21 000,-- "
1 Gaskühler NW 58 (32 Rohr- Doppelbogen)	80 000,-- "
Wälzgasleitung für den Vorheizer	20 000,-- "
1 Abstreifer 1000 ϕ x 6 m	60 000,-- "
2 Entwässerungsflaschen 1000 ϕ x 6 m	120 000,-- "
1 Zwischenentspannungsgefäß	24 500,-- "
2 Gasumlaufpumpen je 50000 m ³ /h (50.000,--)	100 000,-- "
2 Einspritzpumpen je 10 m ³ /h (45.000,--)	90 000,-- "
2 HD-Kreiselpumpen z.d.E.P. (2.750,--)	5 500,-- "
2 Motoren (G.U.) je 10000,-- RM.	20 000,-- "
2 Getriebe (G.U.) " 8000,-- "	16 000,-- "
2 Motoren (Wasserpumpen) je 9000,-- RM.	18 000,-- "
Motorenschalter	10 000,-- "
Beheizung	15 000,-- "
Elektr. Inst.	20 000,-- "
Meßgeräte etc.	50 000,-- "
1 Maschinenhauskran	18 750,-- "
Wasserleitungen	25 000,-- "
Dampfleitungen	110 000,-- "
Gasleitungen	5 000,-- "

Übertrg. 2 242 310,-- "

b.w.

Produktchema mit stündlichem Durchsatz einer Steinkohlenextraktherstellunganlage mit einer Erzeugung von 80.000 Taro Festextrakt unter Aufhydrierung eines Teils des verbrauchten Mittels in einer Hochdruckkammer.



Eingang		Ausgang	
Feinkohle:	16,69 t/h	Extrakt:	11,12 t/h
A-Mittelöl:	3,50 "	Restkohle:	4,57 "
Wasserstoff:	0,07 "	Mittelöl:	6,55 "
Summe:	24,26 t/h	E.G. 2:	1,80 "
		Heizöl:	0,78 "
		Vergasung (Sumpfk):	0,15 "
		Vergasung St. 13a:	0,02 "
		Summe:	24,19 t/h

Ölverlust: 15,3% bez auf Neu-Mittelöl

Handwritten signature and date: 11.11.43

A 3 297 x 420 mm

Analytical Methods

Fischer Tropsch

Bag 2733 #15

Target 30/4.12

XXXII

Bog Target
2733 - U/4.11

Synthese nach dem
Fischer-Tropsch-Verfahren
W. Schrift

Bag Target
2733 - 0/4.11

Chemisch - technische Untersuchungsmethoden
für die Herstellung von
Treibstoffen

Synthese nach dem
Überwachung des Fischer-Tropsch-Ruhrchemie-Verfahrens.



Inhaltsübersicht

I. Gaserzeugung

1. Koksuntersuchung

a) Probenahme	1
b) Bestimmung des Wassergehaltes	
aa) Hygroskopische Feuchtigkeit	2
bb) Direkte Wasserbestimmung	2
c) Bestimmung des Aschengehaltes	2
d) Bestimmung des Schwefelgehaltes	
aa) Gesamtschwefel	3
bb) Nicht flüchtiger Schwefel	3
cc) Flüchtiger Schwefel	4
dd) Bestimmung des Schwefels, der als Sulfid, Sulfat und organisch gebunden vorliegt	
α) Sulfidschwefel	4
β) Sulfatschwefel	5
γ) Organisch gebundener Schwefel	5
e) Bestimmung des Stickstoffgehaltes	
aa) Nach Kjeldahl	5
bb) Nach Dumas	6
f) Bestimmung des Kohlenstoff-, Wasserstoff- und Aschengehaltes nach Demstedt	7
g) Bestimmung des Phosphorgehaltes	8
h) Bestimmung des Heizwertes	9
i) Bestimmung des spezifischen Gewichtes	12
k) Bestimmung der Porosität	12

2. Untersuchung der Asche bzw. Schlacke

a) Aschenschmelzpunkt	13
b) Bestimmung des Glühverlustes	13
c) Bestimmung der Kieselsäure	13
d) Bestimmung von Eisen und Aluminium	14
aa) Summe von Eisen- und Aluminiumoxyd	14
bb) Eisenoxyd	14

3. Wassergasuntersuchung

a) Probenahme	
aa) Stichproben	16
bb) Dauerproben	16
b) Gasanalyse	16
c) Bestimmung des Staubes	19

II. Trockenreinigung

1. Schwefelwasserstoffbestimmung	
a) Qualitative Prüfung	20
b) Quantitative Bestimmung	20
2. Sauerstoffbestimmung	21
3. Trockenreinigungsmasse	
Anforderungen an die Gasreinigungsmasse .	22
a) Bestimmung des Schwefelgehaltes ausge- brauchter Grobreinigungsmasse	23
b) Bestimmung des Wassergehaltes	
aa) Frische Grobreinigungsmasse	23
bb) Ausgebrauchte Grobreinigungsmasse	24
c) Bestimmung der Schwefelaufnahmefähigkeit.	24

III. Feinreinigung

1. Gasuntersuchung	
a) Bestimmung des organisch gebundenen Schwefels	
aa) Verfahren nach O. Roelen und W. Feisst.	26
bb) Überführung des organisch gebundenen Schwefels in Schwefelwasserstoff,	27
b) Qualitative Prüfung auf organische Schwefelverbindungen	
aa) Schwefelkohlenstoff	
α) Prüfung mit Triäthylphosphin	29
β) Prüfung mit alkoholischer Kalilauge	30
bb) Thiophen	30
c) Kolorimetrische Bestimmungen	30
d) Bestimmung des Schwefelwasserstoffs	31
e) Bestimmung des Sauerstoffs	31

2. Frische Reinigungsmasse	
a) Aktivitätsprüfung	31
b) Bestimmung der Porosität	32
c) Bestimmung des Sodagehaltes	32a
d) Bestimmung des Wassergehaltes	32a
e) Bestimmung des Schüttgewichtes	32a

3. Erschöpfte Reinigungsmasse	
a) Bestimmung des Sulfidschwefels	32a
b) Bestimmung des Gesamtschwefels	32b

IV. Konvertierung

1. Konvertgasanalysen	
a) Probenahme	32c
b) Gasanalyse	32c

2. Bestimmung des Schwefelwasserstoffs vor und nach der Konvertierung	320
3. Wasserdampfbestimmung vor dem Konvertierungssofen	320

V. Synthese

1. Gasuntersuchung

a) Probenahme	
b) Gasanalyse	33
c) Stickstoff-Feinbestimmung	33
d) Bestimmung des Wassergehaltes	33
aa) Wassergehalt liegt unter der Wassertension	
bb) Wassergehalt liegt wesentlich über der Wassertension	34
e) Bestimmung des Heizwertes	34
aa) Rechnerisch aus der Analyse	
bb) mit dem Explosionskalorimeter nach Strache-Löffler	35
cc) mit dem Kalorimeter nach Prof. Junkers .	36
f) Bestimmung der Dichte	37
aa) Berechnung aus der Analyse	
bb) Nach Dumas	38
cc) Verfahren nach A. Stock und G. Ritter . . .	39
g) Qualitative Prüfung auf Harzbildner	41
h) Bestimmung von Eisenkarbonyl	42
aa) Auffangen in ammoniakalischer Perhydraulösung	
bb) Zersetzung durch Erhitzen	42
i) Bestimmung des Ammoniakgehaltes	43
k) Bestimmung des Zyans	43
l) Bestimmung des Azetylens	43
	44

2. Kontaktuntersuchung

a) Frischkontakt	
aa) Aktivitätsprüfung	
bb) Bestimmung des Reduktionswertes	45
cc) Bestimmung des Kobaltgehaltes	46
dd) Bestimmung des Schüttgewichtes	47
b) Erschöpfter Kontakt	49
aa) Bestimmung des Paraffingehaltes	
x) Durch Extraktion mit Benzol	
y) Durch Abtreiben in einem Stickstoff- Wasserstoffstrom	49
bb) Bestimmung des Sulfidschwefels	50
cc) Bestimmung des Gesamtschwefels	50
	51

VI. Kondensation

1. Bestimmung des Siedeverhaltens

a) Siedeverhalten von Produkten im Benzinsiedebereich	52
--	----

b) Siedeverhalten für Kondensatöl, Dieselöl usw.	53
c) Siedeverhalten fester Produkte	53
2. Bestimmung des spezifischen Gewichtes	
a) Flüssige Produkte	
aa) Bestimmung mit dem Aräometer	54
bb) Bestimmung mit der Mohr-Westphalschen Waage	54
cc) Bestimmung mit dem Pyknometer	54
b) Feste Produkte	55
3. Neutralisations- und Verseifungszahl	
Neutralisationszahl	56
4. Bestimmung des Gehaltes an Paraffinnebel im Endgas	57

VII. Adsorption durch Aktivkohle

1. Gasuntersuchung	
a) Analyse des Restgases	
aa) Probenahme	58
bb) Gasanalyse	58
b) Benzin- und Gasolbestimmung im End- und Restgas	
aa) Benzinbestimmung	58
bb) Gasolbestimmung	60
c) Bestimmung des Olefingehaltes	61
d) Analyse des Gasols	
aa) Probenahme	62
bb) Gasanalyse	62
e) Analysen zur Einstellung der Inertschaltung	62
f) Benzindurchschlagbestimmung	63
2. Untersuchung der Aktivkohle	
a) Bestimmung des Wassergehaltes	64
b) Bestimmung des Schüttgewichtes	64
c) Bestimmung der Restbeladung	64
d) Paraffinbestimmung in Aktivkohle	65
e) Aktivitätsbestimmung	65a

VIII. Destillation, Stabilisation, Gasolgewinnung

1. Benzin und Oel	
a) Bestimmung des Siedeverhaltens	66
b) Bestimmung des spezifischen Gewichtes	66
c) Bestimmung des Olefingehaltes	66
d) Bestimmung des Abdampftestes	67

2. Gasol und Gas

a)	Analyse der Stabilisationsgase	68
b)	Trennung der Kohlenwasserstoffe	
aa)	Tieftemperatursiedeanalyse	70
bb)	Destillation in der B.V.-Feinfraktionierkolonne	71
cc)	Methode nach van Dijk	72
dd)	Desorption nach Peters	73
c)	Bestimmung der Dichte und des Litergewichtes	
d)	Bestimmung des Heizwertes	73
e)	Bestimmung der über 20°C siedenden Bestandteile	73
f)	Bestimmung des Kohlendioxydgehaltes	74
g)	Bestimmung des spezifischen Gewichtes im Flüssiggas	74
h)	Bestimmung des Dampfdruckes	74
i)	Bestimmung des Feuchtigkeitsgehaltes	
aa)	Qualitativ	74a
bb)	Quantitativ	74a

IX. Hilfsbetriebe

1. Frisch- und Speisewasser

a)	Bestimmung der Schwebestoffe	75
b)	Bestimmung des Abdampfrückstandes	75
c)	Bestimmung des Glührückstandes	75
d)	Bestimmung der Härte	
aa)	Gesamthärte	75
bb)	Karbonathärte	76
cc)	Bleibende Härte	76
e)	Bestimmung der Alkalinität	76
f)	Prüfung auf Alkalität	77
g)	Prüfung auf freie Mineralsäure	77
h)	Bestimmung der freien Kohlensäure	77
i)	Bestimmung des p_H -wertes	77
k)	Bestimmung des Eisens	77
l)	Prüfung auf Mangan	78
m)	Bestimmung der Natronzahl	78
n)	Bestimmung des gelösten Sauerstoffs	79
o)	Bestimmung des Chloridgehaltes	80
p)	Phosphatbestimmung	
aa)	Kolorimetrisch	81
bb)	Massanalytisch	81

2. Rückkühl- und Abwässer

a)	p_H -Wert im Generatorkreislauf	82
b)	Bestimmung des Schwefelgehaltes im Generatorkreislauf	
aa)	Schwefelwasserstoff	82
bb)	Gesamtschwefel	83
c)	Säurezahl im Kühlkreislauf der Kondensation.	83
d)	Eisen- und Aluminiumbestimmung im Kühlkreislauf der Kondensation	83

c) Gas- und Benzinbestimmung im Rückkühlwasserkreislauf	84
f) Bestimmung des Ölgehaltes im Abwasser	84
aa) Qualitative Prüfung	84
bb) Quantitative Bestimmung	84
α) Extraktion mit Aether	84
β) Fällung mit Eisenchlorid	84a

I. Gaserzeugung

1. Koksuntersuchung

a) Probenahme

Soll z.B. von einem Eisenbahnwagen eine Probe gezogen werden so muss bei ungleichmässigem Material darauf geachtet werden, dass neben grossen Stücken auch feiner Abfall zur Probe genommen wird. Es ist daher besonders vorteilhaft, wenn von einer Seite des Wagens aus in die gegenüberliegenden Ecken je ein Graben gezogen und das dabei erhaltene Gut zur weiteren Verarbeitung verwendet wird, oder beim Entladen jede 20. bzw. 30. Schaufel auf einen besonderen Platz geworfen wird.

Die so erhaltene Probemenge wird dann z.B. mittels eines Steinbrechers auf Walnussgrösse gebracht, der gebrochene Koks auf einer geeigneten Unterlage durch Schaufeln einigemal zu einem Kegel aufgesetzt, der Kegel zuletzt von der Spitze aus nach allen Seiten hin gleichmässig abgeplattet und der etwa 25 cm hohe Kegelstumpf in Quadranten geteilt. Je zwei gegenüberliegende Viertel werden dann entfernt, das zurückbleibende Gut in einer Quetschmühle oder mittels eines Stampfers auf Haselnussgrösse gebracht, wie vorher nochmals zu einem Kegel aufgesetzt, dieser abgeplattet und der Kegelstumpf unterteilt. Die Zerkleinerung und Unterteilung wird solange fortgesetzt, bis etwa 5 kg übrigbleiben. Dann werden 2 kg der Durchschnittsprobe z.B. in einer Kugelmühle fein gemahlen und durch ein Prüfsiebgewebe 0.20 DIN 1171, Ausgabe 1934 restlos gesiebt. Etwa auf dem Sieb verbleibende Koks- teilchen müssen fein zerrieben und der Hauptmenge zugegeben werden. Die so gewonnene Durchschnittsprobe wird in verschlossenen Flaschen für die weiteren Untersuchungen aufbewahrt.

Es empfiehlt sich, vor den Untersuchungen die Probe nochmals gut durchzumischen.

b) Bestimmung des Wassergehaltes.aa) Hygroskopische Feuchtigkeit.

Etwa 5 g der luftgetrockneten Probe werden in einem flachen Wägglas im Trockenschrank bei 105°C bis zur Gewichtskonstanz getrocknet.

Der Gewichtsverlust in Prozenten gibt die hygroskopische Feuchtigkeit an.

bb) Direkte Wasserbestimmung.

50 g der fein gemahlten Probe werden in einem Kurzhalsrundkolben (500 ccm Inhalt) mit 200 ccm Xylol versetzt. Nachdem man den Kühler und die graduierte Vorlage ange-schlossen hat, destilliert man bei 140-150°C so lange, bis das Destillat klar abtropft.

Sobald im Destillat klare Scheidung eingetreten ist, liest man die Kubikzentimeter der unteren Schicht (Wasser) ab und berechnet den Wassergehalt in Prozenten.

NB. Falls die beiden Schichten sich nicht ganz klar trennen sollten, empfiehlt es sich, die Vorlage kurz in warmes Wasser zu stellen.

Reagens:

Xylol, meta-, reinst "Merck".

c) Bestimmung des Aschengehaltes.

1 g der feinst gepulverten Koksprobe wird in einem gewogenen Porzellankästchen in einen kalten Muffelofen eingesetzt und nach langsamer Anheizen etwa 3 Stunden lang auf 850°C erhitzt. Nach dem Erkalten im Exsikkator wird gewogen.

Auswaage = Asche.

N.B. Die oben beschriebene Aschenbestimmung liefert meist etwas niedrigere Werte als die aus der Elementaranalyse (niedere Oxyde des Eisens). Die Temperatur der Muffel soll 850°C nicht übersteigen. Da die Schälchen stets ihr Gewicht verändern, müssen sie nach der Veraschung zurückgewogen werden.

Berechnung:

$$\frac{\text{Auswaage} \times 100}{\text{Einwaage}} = \% \text{ Asche.}$$

d) Bestimmung des Schwefelgehaltes.aa) Gesamtschwefel.

1 g der feingemahlten Probe wird in einem Platintiegel mit 3 g Eschkamischung gemengt, das Gemisch mit einer 10 mm hohen Eschkamischung überschichtet und in einem Tiegelöfchen 5-6 Stunden lang bei 320°C erhitzt. Der Aufschluss wird dann mit Wasser in ein Becherglas gespült und nach Zusatz von 5 ccm Bromwasser 3 Stunden lang bei 40°C digeriert. Hierauf filtriert man den Rückstand ab und wäscht ihn etwa 10mal mit heissem Wasser aus. Das Filtrat wird mit 10 ccm Salzsäure (1.19) versetzt und unter dem Abzug so lange erhitzt, bis das überschüssige Brom vollkommen verdampft ist. Nun verdünnt man die Lösung auf etwa 100 ccm, bringt sie zum Sieden und füllt unter Umrühren tropfenweise mit einer ebenfalls siedenden Bariumchloridlösung. Nach der Fällung erwärmt man noch kurze Zeit auf 80°C, dekantiert durch einen Porzellanfiltertiegel (z.B. B 1 der Berliner Porzellan-Manufaktur), spült den Niederschlag restlos in den Tiegel, glüht und wägt.

Auswaage: BaSO_4 .

Von der Eschkamischung muss vor dem Gebrauch eine Blindprobe gemacht werden.

Berechnung:

$$\frac{\text{Auswaage} \times 0,1375 \times 100}{\text{Einwaage}} = \% \text{ Gesamtschwefel.}$$

$$3 (32,06) : \text{BaSO}_4 (233,42) = 0.1375.$$

Reagenzien:

Eschkamischung z. Anal. "Merck".

Bromwasser z. Anal. "Merck".

Salzsäure, rauchend 1.19 (mindestens 37%) z. Anal. "Merck".

Bariumchlorid z. Anal. "Merck" in 10%iger Lösung.

NB. Bei Benutzung einer elektrischen Muffel ist darauf zu achten, dass nicht zu gleicher Zeit in derselben Muffel auch Veraschungen vorgenommen werden, da sonst die sich entwickelnden SO_2 -Gase von der Eschkamischung absorbiert werden.

bb) Nicht flüchtiger Schwefel.

20 g der Koksprobe werden in einer Quarzschale vorsichtig verascht. Die Asche wird dann quantitativ in einen Platintiegel übergeführt und darin mit Eschkamischung aufgeschlossen. Zur Schwefelbestimmung verfährt man mit dem Aufschluss nach vorhergehendem Abschnitt.

Berechnung:

Siehe Seite 3.

Reagenzien:

Siehe Seite 3.

cc) Flüchtiger Schwefel.

Zieht man vom Gesamtschwefelgehalt den Schwefelgehalt der Asche ab, so erhält man den Gehalt an flüchtigem Schwefel.

dd) Bestimmung des Schwefels, der als Sulfid, Sulfat und organisch gebunden vorliegt.(X) Sulfidschwefel.Apparatur:

Ein Kochkolben (R.M.-Kolben kann auch verwendet werden) mit Gaseinleitungsrohr und angeschlossenem 10-Kugelrohr, das mit Kadmiumacetatlösung gefüllt ist.

Ausführung:

5 g der feingepulverten Probe werden im Kochkolben mit 100 ccm 10%iger Salzsäure versetzt und das 10-Kugelrohr angeschlossen. Man lässt nun den Kolbeninhalt unter gleichseitigem Durchleiten eines langsamen Kohlendioxidstromes 1 Stunde lang sieden. Hierauf wird das im 10-Kugelrohr ausgefallene Kadmiumsulfid abfiltriert und mit schwach mit Essigsäure angesäuertem Wasser gewaschen. Filter und Niederschlag werden dann in einem Erlenmeyerkolben (250 ccm Inhalt) mit 50 ccm n/100 Jodlösung und 10 ccm Salzsäure (1.12) geschüttelt, bis das Sulfid vollständig gelöst ist. Man verdünnt nun mit Wasser und titriert das überschüssige Jod tropfenweise mit n/100 Natriumthiosulfatlösung bis zur schwachen Gelbfärbung und nach Zusatz von Stärkelösung bis zur Entfärbung.

1 ccm n/100 Jodlösung = 0,00016 g Schwefel.

Berechnung:

$$\frac{\text{Verbr. ccm n/100 Jodlg.} \times 0,00016 \times 100}{\text{Einwaage}} = \frac{\%}{\text{S.}}$$

Reagenzien:

Salzsäure 10%ig (Salzsäure 1,124-1,125 (mindestens 25%) z. Anal. "Merck", 2+3 verdünnt).
 n/100 Jodlösung (n/10 Jodlösung "Merck", genau 1+9 verdünnt).
 n/100 Natriumthiosulfatlösung (n/10 Natriumthiosulfatlösung "Merck", genaue 1+9 verdünnt).

Kadmiumazetatlösung:

25 g Kadmiumazetat z. Anal. "Merck" werden in 250 ccm Eisessig 1,055-1,064 (mindestens 96%) z. Anal. "Merck" und 250 ccm Wasser warm gelöst. Die Lösung wird nach dem Erkalten zu 1 Liter aufgefüllt.

Stärke­lösung wird vor dem Gebrauch frisch bereitet durch Auflösen von 1 g Stärke, löslich "Merck" in 100 ccm Wasser und Filtrieren der Lösung durch ein Faltenfilter.

β) Sulfatschwefel.

Die salzsaure Lösung im Kochkolben (siehe vorhergehenden Abschnitt) wird durch ein Filter in ein 500-ccm - Becherglas dekantiert und der Rückstand 5mal mit je 50 ccm Wasser und 10 ccm 10%iger Salzsäure ausgekocht. Das Filtrat und die Auszüge werden auf dem Wasserbade auf etwa 100 ccm eingeeengt. Dann versetzt man die Lösung mit Ammoniak (0.91), bis eben ein bleibender Niederschlag entsteht, den man mit 20 ccm 10%iger Salzsäure wieder in Lösung bringt und erhitzt zum Sieden. Zur Fällung und Bestimmung der Schwefelsäure verfährt man nach Seite 3, Abschnitt aa.

Berechnung:

Siehe Seite 3, Abschnitt aa.

Reagenzien:

Salzsäure 10%ig (Salzsäure 1,124-1,126 (mindestens 25%) z. Anal. "Merck", 2+3 verdünnt).
Ammoniaklösung 0.910 = 24° Bé (mindestens 25%) z. Anal. "Merck".
Siehe auch Seite 3.

γ) Organisch gebundener Schwefel.

Der Gehalt an organisch gebundenem Schwefel ergibt sich wie folgt:

$$\% \text{ Gesamtschwefel} - \% (\text{Sulfid- und Sulfatschwefel}) = \% \text{ Organisch gebundener Schwefel.}$$

e) Bestimmung des Stickstoffgehaltes.aa) Nach Kjeldahl.

In einem 500-ccm - Kjeldahlkolben wird 1 g der feingepulverten Probe nach Zugabe von 50 ccm Schwefelsäure (1,84) und 1 g Quecksilber auf dem Drahtnetz langsam erhitzt. Hierbei hellt sich die ursprünglich schwarze Flüssigkeit innerhalb weniger Stunden auf. Sobald die Lösung farblos geworden ist und der Rückstand dunkelgrau bis weiss erscheint, ist die Reaktion beendet. Man lässt abkühlen, verdünnt mit

150 ccm Wasser und versetzt hintereinander mit 100 ccm Natronlauge (1,35), 30 ccm Kaliumsulfidlösung und einigen Siedesteinen, schliesst Kühler und Vorlage, die mit 50 ccm n/10 Schwefelsäure beschickt wurde, an und destilliert etwa 150 ccm ab.

Hierauf wird das Destillat mit Methylorangelösung angefärbt und der Säureüberschuss mit n/10 Natronlauge zurücktitriert.

1 ccm n/10 Schwefelsäure = 0,0014 g Stickstoff.

Berechnung:

Verbr. ccm n/10 H_2SO_4 \times 0,0014 \times 100

Einwaage

$\frac{m}{M}$ % N.

Reagenzien:

Schwefelsäure 1,84 (mindestens 96%) z. Anal. "Merck".

Quecksilber z. Anal. "Merck".

Natronlauge rein, stickstofffrei, 1,35 (mindestens 32%) z. Anal. "Merck".

Kaliumsulfid granuliert, stickstofffrei, z. Anal. "Merck" in 4%iger Lösung.

n/10 Schwefelsäure "Merck".

n/10 Natronlauge "Merck".

Methylorange-Lösung 0.1%ig "Merck".

bb) Nach Dumas.

Apparatur:

Ein Kippscher Apparat zur CO_2 -Entwicklung, eine Waschflasche mit Schwefelsäure (1,84), ein Verbrennungsrohr (95 cm lang), das der Reihe nach mit einer 10 cm langen blanken Kupferspirale, einem Porzellanschiffchen, einer langen Schicht groben Kupferoxyds und einer zweiten Kupferspirale gefüllt ist. Angeschlossen ist das mit Kalilauge gefüllte Azotometer mit Niveaugefäss.

Ausführung:

Etwa 0,1 g der feinst gepulverten Substanz wird im Porzellanschiffchen mit feinem Kupferoxyd gut gemischt und dann in das Verbrennungsrohr eingeschoben. Man leitet nun durch das Verbrennungsrohr einen Kohlendioxidstrom, bis die Luft vollständig verdrängt ist, schliesst darauf das Azotometer an und beginnt mit der Verbrennung. Etwa entstandene Stickoxyde werden durch die Kupferspirale reduziert. Nach Beendigung der Verbrennung leitet man wieder CO_2 durch die Apparatur. Nach mehrstündigem Stehen wird das Volumen des entwickelten Stickstoffs abgelesen.

Berechnung:

Bei einem Barometerstand von B mm, einer Wasserdampfspannung von w mm, einer beobachteten Temperatur von t °C beträgt das reduzierte N-Volumen:

$$V_0 = \frac{V (B - w) 273}{760 (273 + t)}$$

$$\frac{V_0 \times 0.0012506 \times 100}{\text{Einwaage}} = \% \text{ N.}$$

Reagenzien:

Kalilauge (1+2 Wasser) nach Bunte "Merck".
Kupferoxyd, granuliert und Pulver z. Anal. "Merck".
Schwefelsäure 1,84 (mindestens 96%) z. Anal. "Merck".
Natronkalk, hirsekorngross, zur Elementaranalyse "Merck".
Phosphorsäureanhydrid z. Anal. "Merck".

f) Bestimmung des Kohlenstoff-, Wasserstoff- und Aschengehaltes nach Dennstedt.

Apparatur:

Eine Reinigungsgarnitur für Luft bzw. Sauerstoff, bestehend aus einem kurzen Rohr mit grobem Kupferoxyd, 1 Waschflasche mit konzentrierter Kalilauge, 1 Waschflasche mit Schwefelsäure (1,84), 1 U-Rohr mit Phosphorsäureanhydrid. Ein Verbrennungsrohr (95 cm lang), das mit einem Platinschiffchen, einem Stern aus Platin und einer beiderseits von kurzen Kupferspiralen flankierten, 12 cm langen Bleichromatschicht besetzt ist. An das zu einer Spitze ausgezogene Rohrende schliessen sich 2 Absorptionsröhrchen mit Phosphorsäureanhydrid und 2 Natronkalkrohre an, deren Ausgangsschenkel zur Hälfte mit Phosphorsäureanhydrid gefüllt sind. Die Heizung ist elektrisch.

Ausführung:

Kurz vor Beginn der Verbrennung wird das Rohr unter gleichzeitigen Durchleiten von Luft erhitzt. Dann unterbricht man kurz den Luftstrom, hängt die Absorptionsrohre an und bringt an deren Ende eine Waschflasche mit 1%iger Palladiumchlorürlösung an. Hierauf wird das Platinschiffchen mit 0,5 g Substanz in das Rohr gebracht und der Luftstrom wieder ange stellt. Um die Verbrennung richtig in Gang zu bringen, wird jetzt Sauerstoff eingeleitet und gleichzeitig die elektrische Heizung langsam über das Schiffchen geschoben. Sobald die Verbrennung beendet ist, glüht man noch 10-15 Minuten und treibt evtl. im Verbrennungsrohr niedergeschlagenes Wasser in das P₂O₅-Röhrchen. Zuletzt verdrängt man

Bag Target

8)

den Sauerstoff mit ^{273,3}Luft, lässt die Absorptionsgefäße und das Platinschiffchen im Exsikkator erkalten und wägt.

Berechnung:

$$\frac{\text{Ausgewogenes CO}_2 \times 0.2729 \times 100}{\text{Einwaage}} = \% \text{ Kohlenstoff.}$$

$$\frac{\text{Ausgewogenes H}_2\text{O} \times 0.1119 \times 100}{\text{Einwaage}} = \% \text{ Wasserstoff.}$$

$$\frac{\text{Schiffchenrückstand} \times 100}{\text{Einwaage}} = \% \text{ Asche.}$$

Reagenzien:

Kupferoxyd, granuliert, z. Anal. "Merck".
 Kalilauge (1+2 Wasser) nach Bunte "Merck".
 Schwefelsäure 1,84 (mindestens 96%) z. Anal. "Merck".
 Phosphorsäureanhydrid z. Anal. "Merck".
 Bleichromat, hirsekorngross, zur Elementaranalyse "Merck".
 Natronkalk, hirsekorngross, zur Elementaranalyse "Merck".

g) Bestimmung des Phosphorgehaltes.

10 g feingepulverter Koks werden mit 100 ccm Salzsäure (1,19) in einem bedeckten Becherglas auf dem Wasserbade 12 Stunden lang erwärmt. Dann verdünnt man mit 100 ccm Wasser, filtriert und wäscht den Filterrückstand mit heissem Wasser aus (Filter mit Rückstand aufheben). Das Filtrat wird unter Zusatz von Salpetersäure (1,40) zur Trockene eingedampft, der Eindampfrückstand in Salzsäure (1+1) aufgenommen, die trübe Lösung filtriert und der Filterinhalt mit heissem Wasser gewaschen. Das klare Filtrat versetzt man nun mit 15 ccm Ammoniaklösung (0,91) und bringt den entstandenen Niederschlag mit 25 ccm Salpetersäure (1,40) wieder in Lösung. Die salpetersaure Lösung wird jetzt auf 60° C erwärmt und mit 40 ccm Molybdänlösung versetzt. Nach kräftigem Umrühren prüft man auf Vollständigkeit der Fällung und lässt 2 Stunden bei 40-50° C stehen. Hierauf wird der Niederschlag abfiltriert, mit einer 5%igen Kaliumnitratlösung neutral gewaschen und in einem Überschuss von n/10 Natronlauge gelöst (a ccm). Nach Zusatz von 2 Tropfen Phenolphthaleinlösung wird der Laugeüberschuss mit n/10 Schwefelsäure zurücktitriert (b ccm).

Säure

Der auf dem Filter verbliebene Koksrückstand (s. umstehend) wird vorsichtig verascht und die Asche mit der 4-6fachen Menge Natriumkaliumkarbonat geschmolzen. Der Schmelzkuchen wird unter Zusatz von einigen Tropfen Perhydrol in Salzsäure (1,12) aufgenommen und die Lösung zur Trockene eingedampft. Den Eindampfrückstand behandelt man mit Salzsäure (1,19) und dampft die Lösung nochmals scharf zur Trockene ein. Der Eindampfrückstand wird jetzt in wenig Salzsäure (1+1) aufgenommen, das Unlösliche abfiltriert und der Filterinhalt mit heissem Wasser gut ausgewaschen. Das Filtrat wird wie oben ammoniakalisch gemacht und im übrigen nach obiger Fällungsvorschrift zur Phosphorsäurefällung verfahren.

1 ccm n/10 Natronlauge = 0,0001348 g Phosphor

Berechnung:

$$(a - b) \times 0,0001348 \times 100$$

= % P.

Einwaage

Reagenzien:

[bzgl. die Verdünnung 1+1.]
 Salzsäure, rauchend, 1,19 (mindestens 37%), z. Anal. "Merck" ✓
 Salpetersäure 1,40 (mindestens 65%) z. Anal. "Merck".
 Ammoniaklösung 0,910 = 24 Bé (mindestens 25%) z. Anal. "Merck".
 Molybdänlösung:
 150 g Ammoniummolybdat z. Anal. "Merck" werden unter Umschwenken allmählich in 1 Liter Salpetersäure 1,20 (mindestens 33%) z. Anal. "Merck" gegossen. Man lässt die so bereitete Lösung 24 Stunden bei 35°C stehen und filtriert einen evtl. entstandenen Niederschlag ab.
 Kaliumnitrat z. Anal. "Merck" in 5%iger Lösung.
 n/10 Natronlauge "Merck".
 n/10 Schwefelsäure "Merck".
 Phenolphthalein-Lösung 1%ig "Merck".
 Natriumkaliumkarbonat, gepulvert, z. Anal. "Merck".
 Salzsäure 1,124 - 1,126 (mindestens 25%) z. Anal. "Merck".
 Perhydrol z. Anal. "Merck".

h) Bestimmung des Heizwertes.

Prinzip:

Eine gewogene Menge des zu untersuchenden Brennstoffes wird in einem geschlossenen, mit komprimiertem Sauerstoff gefüllten Stahlgefäß, der Berthelot-Mahlertschen Bombe, die sich ihrerseits in einem Wasserkalorimeter befindet, verbrannt. Aus der Erwärmung des Wassers wird die bei der Verbrennung entwickelte Wärmemenge berechnet.

Apparatur:

Die Kalorimeterbombe ist aus V₂A-Stahl hergesetzt. Der Deckel enthält zwei Nadelventile, durch die der zur Verbrennung notwendige Sauerstoff eingepresst wird und die mit Schutzschrauben abgeschlossen werden. Zwischen den beiden Ventilen befindet sich ein durch Hartgummi isolierter Stutzen, durch den die eine Zuleitung für die elektrische Zündung geführt ist.

An der Innenseite des Deckels ist eine Tragvorrichtung für das Quarzschälchen angebracht, das der Aufnahme der zu untersuchenden Probe dient.

Die Bombe selbst steht frei in einem Gefäss, das mit einer gewogenen Wassermenge beschickt ist. In das Wasser tauchen ein Beckmann-Thermometer und eine Rührvorrichtung.

Zur möglichsten Vermeidung von Wärmeverlusten ist das Wassergefäss von einem Wassermantel umgeben und von oben her durch einen Hartgummi-Deckel geschützt.

Zur Zündung wird eine Akkumulatorenbatterie mit einer Spannung von 8-12 Volt verwendet.

Ausführung:

In das Quarzschälchen wird etwa 1 g der zu untersuchenden Koksprobe eingewogen oder aber zu einem rund 1 g schweren Brikett gepresst. Dabei sind Pressformen zweckmässig, die den mittleren Teil des Zünddrahtes (etwa 10 cm Chrom-Nickel-Draht) in das Brikett einzupressen gestatten. Der Zünddraht muss vorher gewogen und seine Verbrennungswärme bekannt sein. Nach der Einwaage werden die Enden des Zünddrahtes um die beiden Tragstäbe gewickelt und das Schälchen eingehängt. Hierauf pipettiert man 10 ccm Wasser auf den Boden der Bombe und verschliesst sie dicht. Nach Entfernung einer der Schutzschrauben verbindet man die Bombe mit einer Sauerstoffleitung und presst Sauerstoff bis zu einem Druck von 25 Atmosphären ein. Die wieder geschlossene Bombe wird genau in die Mitte des Wassergefässes versenkt, die beiden Drähte der Zündbatterie angelegt, das Thermometer angebracht und die Rührvorrichtung mit etwa 60 Umdrehungen/Min. in Gang gesetzt.

Nach kurzer Zeit hat das Thermometer die Wassertemperatur angenommen. Man beginnt jetzt mit dem Vorversuch, indem man unter Zuhilfenahme einer Stoppuhr das Thermometer in Abständen von je 1 Minute abliest, bis die letzten 8-10 Werte ziemlich gleichmässige Unterschiede anzeigen.

Dann wird der Hauptversuch durch Einschalten des elektrischen Stromes eingeleitet. Nach erfolgter Zündung steigt das Thermometer. Man liest die Temperatur von Minute zu Minute ab, bis der höchste Stand erreicht ist, den man besonders notiert und verfolgt im Nachversuch 8-10 Minuten lang den allmählichen Rückgang der Temperatur.

Die Temperaturerhöhung des Kalorimeters entspricht der Differenz zwischen Maximal- und Zündungstemperatur. Dieser Wert ist durch eine Strahlungskorrektur zu erhöhen.

Diese errechnet sich aus folgender Gleichung:

$$n \times \bar{d}_n + \frac{d_n - d_v}{2}$$

n = Anzahl der Temperaturablesungen im Hauptversuch
 \bar{d}_n = Mittlere Temperaturabnahme je Minute im Nachversuch
 d_v = Mittlere Temperaturzunahme je Minute im Vorversuch.

Die so erhaltene Korrektur wird zu der Temperaturdifferenz des Hauptversuches zugezählt.

Aus der Gesamttemperaturerhöhung lässt sich die entwickelte Wärmemenge berechnen, wenn bekannt ist, wieviel Kalorien die Apparatur selbst (Bombe, Rührer, Thermometer, Kalorimeterwasser usw.) zur Erwärmung um 1°C benötigt. Diesen Wert nennt man den Wasserwert des Apparates.

Der Wasserwert ist eine Konstante, die für jeden Apparat durch besondere Versuche bestimmt wird.

Die entwickelte Wärmemenge wird durch Multiplikation des Wasserwertes mit der korrigierten Temperaturerhöhung errechnet. An diesem Wert sind weitere Korrekturen anzubringen.

1. Die bei der Verbrennung des Zünddrahtes entwickelte Wärmemenge muss abgezogen werden.

Zu diesem Zwecke wird der Zünddraht vor der Verbrennung und die nicht verbrannten Teile nach der Verbrennung gewogen und das Gewicht des verbrannten Drahtes mit der bekannten Verbrennungswärme des Drahtes multipliziert.

2. Bei der Verbrennung hat sich Salpetersäure und Schwefelsäure gebildet, deren Verbrennungswärmen in Abzug zu bringen sind. Um die Menge der Säure zu ermitteln, verfährt man in folgender Weise.

Man spült den flüssigen Bombeninhalt in einen Kolben, kocht auf und filtriert etwa ungelöste Teile ab. Das Filtrat wird mit 2 Tropfen Phenolphthaleinlösung 1%ig "Merck" versetzt und mit n/10 Bariumhydroxydlösung "Merck" bis zur bleibenden Rötung titriert. [Ergebnis = Gesamtsäuregehalt.

Zu der titrierten Lösung setzt man 10 ccm n/10 Natriumkarbonatlösung "Merck", kocht und filtriert den aus BaSO₄ und BaCO₃ bestehenden Niederschlag ab, wäscht ihn gut aus und titriert im Filtrat die überschüssige Soda mit n/10 Salzsäure "Merck" zurück, indem man unter wiederholtem Kochen solange Säure zutropfen lässt, bis nach 3 Minuten langem Warten keine Rötung mehr auftritt.

Die Differenz zwischen der zugesetzten Bodalösung und der Salzsäure gibt die Menge Salpetersäure an.

Zur Ermittlung der bei der Säurebildung gebildeten Wärmemenge werden die ccm n/10 Schwefelsäure mit 3.6 und die ccm n/10 Salpetersäure mit 1.43 multipliziert.

Sind alle Korrekturen angebracht, so rechnet man die von der Einwaage entwickelte auf 1 kg Koks um.

Wärmemenge

i) Bestimmung des spezifischen Gewichtes.

Zur Bestimmung des spez. Gewichtes werden Wäagegläschen besonderer Art benutzt, die im Glasstopfen eine durchgehende Kerbe von etwa 2 mm Breite und Tiefe besitzen.

Zunächst bestimmt man ein für allemal das Eigengewicht des Gläschens (a) und dessen Gewicht nach Füllung mit absolutem Alkohol (b). Hierauf trocknet man es und wägt etwa 8 g der Koksprobe ein (c). Hierauf wird das Glas mit absolutem Alkohol gefüllt, dann in ein Wasserbad von 15°C gestellt und schliesslich nach sorgfältigem Abtrocknen gewogen.

Berechnung:

$$\text{Spez.G.} = \frac{c - a}{b + c - (a + d)} \times \text{spez.Gew.d.absol.Alkohols.}$$

k) Bestimmung der Porosität

Zur Bestimmung der Porosität wird eine Probe des Koks auf eine Korngrösse von 7-10 mm und eine zweite so zerkleinert, dass die durch ein Prüfsiebgewebe 0.20 DIN 1171, Ausgabe 1934 hindurchgeht.

Dann bringt man 25 g des grobkörnigen Koks in Methylalkohol und erhitzt 10 Minuten lang zu schwachem Sieden. Nach dem Erkalten giesst man die Flüssigkeit durch ein Filter, trocknet die Probe oberflächlich mittels Filtrierpapier und bringt sie dann in ein Messgefäss, in das man zuvor Alkohol gebracht hat. Aus der Volumenzunahme lässt sich das scheinbare spezifische Gewicht berechnen.

Sodann bestimmt man das Volumen des feinen Koks und erhält so das wirkliche spezifische Gewicht.

Aus dem wahren und scheinbaren Volumen ergibt sich das prozentuale Porenvolumen oder die Porosität nach

$$V_p = \frac{(V_s - V_w) \times 100}{V_s}$$

V_w = wahres Volumen der Koksprobe
 V_s = scheinbares Volumen der Koksprobe

2. Untersuchung der Asche bezw. Schlacke.

Das Probenmaterial wird zunächst getrocknet und darauf ein guter Durchschnitt zerkleinert und fein zerrieben.

a) Ascheschmelzpunkt.

Wird noch ausgearbeitet.

b) Bestimmung des Glühverlustes.

Zur Feststellung der noch brennbaren Bestandteile wird 1 g der Probe in einem Porzellanschälchen in einem Muffelofen bis zur Gewichtskonstanz geglüht, was nach etwa 3 Stunden erreicht ist.

Bemerkung:

Die Temperatur darf nicht zu hoch sein, da sich sonst Alkalien verflüchtigen könnten. Da sich beim Glühen Kohlendioxyd verflüchtigt und Schwefelverbindungen sowie niedere Oxyde Veränderungen erfahren, muss bei genauen Bestimmungen der brennbare Anteil durch eine Elementaranalyse ermittelt werden.

c) Bestimmung der Kieselsäure.

2 g Probesubstanz werden zunächst geglüht, um die brennbaren Anteile zu verflüchtigen. Dann wird der Glührückstand mit der 4-6fachen Menge Natriumkaliumkarbonat geschmolzen. Der Schmelzkuchen wird mit Salzsäure (1+1) aufgenommen und die Lösung mit Salzsäure (1,19) zweimal zur Trockene scharf eingedampft. Der Trockenrückstand wird mit Salzsäure (1,19) und Wasser behandelt, die Kieselsäure abfiltriert und auf dem Filter mit heissem Wasser salzfrei gewaschen (Filtrat aufheben).

Filter mit Rückstand werden in einem Quarztiegel nass verascht und bis zur Gewichtskonstanz scharf geglüht.

Der Glührückstand wird mit 10 Tropfen Schwefelsäure (1+4) und 10 ccm Flußsäure abgeraucht und der neue Rückstand geglüht und gewogen (Rückstand aufheben).

Der Unterschied zwischen der ersten und zweiten Auswaage entspricht dem Kieselsäuregehalt.

Berechnung:

$$\frac{\text{Differenz der Auswaagen} \times 100}{\text{Einwaage}} = \% \text{ SiO}_2.$$

Reagenzien:

Natriumkaliumkarbonat, gepulvert, zum Aufschliessen
z. Anal. "Merck"
Salzsäure, rauchend 1,19 (mindestens 37%) z. Anal. "Merck"
und Verdünnung 1+1.
Schwefelsäure 1,84 (mindestens 96%) z. Anal. "Merck",
1 + 4 verdünnt.
Flußsäure (mindestens 40%) z. Anal. "Merck".

d) Bestimmung von Eisen und Aluminium.

Der Glührückstand (siehe vorhergehenden Abschnitt) wird
in Salzsäure (1,19) gelöst und die Lösung mit dem Filtrat
(siehe vorhergehenden Abschnitt) in einem 200-ccm-Messkolben
bis zur Marke aufgefüllt.

aa) Summe von Eisen- und Aluminiumoxyd

50 ccm der Verdünnung werden mit Wasser versetzt, zum Sie-
den erhitzt und mit einem kleinen Überschuss von Ammoniak
(0,91), Eisen und Aluminium gefällt. Man dekantiert den
Niederschlag zunächst mit heissem Wasser, wäscht ihn dann
auf dem Filter gut aus und löst ihn in heisser Salzsäure (1,12).
Die Fällung wird wie vorher beschrieben, wiederholt. Zuletzt
werden Filter ~~mit~~ ^{mit} Niederschlag verascht und vor dem Gebläse
bis zur Gewichtskonstanz geblüht.

Auswaage: $\text{Fe}_2\text{O}_3 + \text{Al}_2\text{O}_3$.

Bemerkung:

In Anwesenheit von merklichen Mengen Mangan werden 50 ccm
der Lösung in einem Erlenmeyerkolben auf etwa 80°C erwärmt
und die Lösung mit Natriumkarbonatlösung versetzt, bis eine
schwache Trübung entsteht. Nach Zusatz von 7 ccm Natrium-
azetatlösung erhitzt man zum Sieden, giesst heiss durch ein
Doppelfilter und wäscht den Niederschlag mit heissem Wasser
aus. Der Niederschlag wird vom Filter in heisser Salzsäure
(1,12) gelöst und die Lösung weiterbehandelt, wie im Haupt-
abschnitt beschrieben.

bb) Eisenoxyd.

50 ccm der Lösung werden in einem Erlenmeyerkolben mit
10 ccm Salzsäure (1,12) versetzt und Kohlendioxyd einge-
leitet, um die Luft zu verdrängen. Dann gibt man 10 ccm
Ammoniumsulfocyanidlösung zu und titriert mit Titan(3)-
chloridlösung bis zur Entfärbung.

Eag Target

15)

2733 - 0/4.11

Berechnung:

$$4 \times \text{Verbr. ccm TiCl}_3\text{-Lsg.} \times \text{Fe}_2\text{O}_3\text{-Tit.d.Lsg.} \times 100$$

Einwaage

% Fe₂O₃.

$$4 \times (\text{Fe}_2\text{O}_3 + \text{Al}_2\text{O}_3) \times 100$$

Einwaage

$$- \% \text{Fe}_2\text{O}_3 = \% \text{Al}_2\text{O}_3.$$

Reagenzien:

Salzsäure, rauchend, 1,19 (mindestens 37%) z. Anal. "Merck".

Salzsäure, 1,124-1,126 (mindestens 25%) z. Anal. "Merck".

Ammoniaklösung 0,910 = 24° Bé (mindestens 25%) z. Anal. "Merck".

Natriumkarbonat, kristallisiert, z. Anal. "Merck" in 10%iger Lösung.

Natriumacetat, reinst, z. Anal. "Merck" in 10%iger Lösung.

Ammoniumsulfocyanid z. Anal. "Merck" in 10%iger Lösung.

Titan(3)-chloridlösung:

Titantrichloridlösung, etwa 15% eisenfrei "Merck" wird mit dem gleichen Raunteil Salzsäure, rauchend 1,19 (mindestens 37%) z. Anal. "Merck" versetzt und mit Wasser auf etwa das Zehnfache ihres Volumens aufgefüllt.

Nach erfolgter Probetitration gegen Eisenoxyd nach Brandt z. Anal. "Merck" wird die Lösung so eingestellt, dass 1 ccm 0,01 g Fe₂O₃ entspricht.

Zum Schutz vor Oxydation verbindet man die Vorratsflasche und die Bürette mit einem Kohlendioxyd- oder Wasserstoffentwicklungsapparat.

Eine zweckentsprechende Einrichtung beschreiben E. Zintl und G. Rienäcker (Z. anorg. Chem. 152, 197; 1926); siehe auch: Die Massanalyse von J. M. Kolthoff, II. Die Praxis der Massanalyse, S. 469.

3. Wassergasuntersuchung.

a) Probenahme.

Je nach dem Zweck der Bestimmung werden die Proben als Stich- oder Dauerproben gezogen.

aa) Stichproben.

Die Proben werden in sogenannten Gassammlern gezogen, das sind zylindrische Gefässe von 2-300 ccm Inhalt, die an einer Seite mit einem normalen Durchgangshahn und an der anderen mit einem Kapillarahn versehen sind.

Man füllt ein solches Gefäss mit Wasser oder besser mit Kochsalzlösung, schliesst es an die Probezapfstelle an und lässt die Sperrflüssigkeit ablaufen.

bb) Dauerproben.

Sie werden durch kontinuierliches Abfließen von 5 oder 10-15 Liter Sperrflüssigkeit fassenden Aspiratoren (Abbildung 1) gezogen.

Um eine gute Durchschnittsprobe zu erhalten, entnimmt man dem Gasstrom einen Teilstrom von etwa 50 L/h , der durch ein Überdruckgefäss in die Abgasleitung geschickt wird, um ein evtl. Ansaugen von Luft zu vermeiden. Diesen Teilstrom ist der Aspirator angeschlossen, der als Sperrflüssigkeit gesättigte Natriumchloridlösung, gesättigte Natriumsulfatlösung oder eine Glycerin-Wasser-Mischung (1:1) enthält.

Vor der Verwendung ist frisch angesetzte Sperrflüssigkeit mit dem zu probenden Gas zu sättigen. Es ist auch darauf zu achten, dass beim Probenehmen Temperatur, Druck, Gasdurchsatz usw. sich nicht ändern.

Für Gasproben, die täglich gezogen werden müssen, empfiehlt es sich, grössere Aspiratoren (200 Liter Inhalt) (Abbildung 2) anzuwenden. Wird dieser Aspirator mit kurzen Verbindungen an den zu probenden Gasstrom angeschlossen, so ist es nicht notwendig, einen dauernd fliessenden Teilstrom abzuzweigen.

b) Gasanalyse.

Apparatur.

Orsatapparat (Modell Ruhrbenzin). Er besteht aus 2 Messbüretten (100 ccm), 5 Absorptionspipetten nach Tramm, 1 Absorptionspipette zur Aufnahme von β -Naphthol, einem Verbrennungsofen mit einem 20 cm langen NiCr_3 -Stahlrohr und 2 Niveauflaschen, die auf einem Metallgerüst montiert sind. Zur Konstanthaltung der Temperatur des zu analysierenden

Gases sind die Messbüretten mit einem isolierenden Wasser-
mantel umgeben.

Füllung der Absorptionsgefäße und des
Verbrennungsrohres.

1. Kalilauge für Kohlendioxyd,
2. Rauchende Schwefelsäure für schwere
Kohlenwasserstoffe,
3. Alkalische Pyrogallollösung für Sauerstoff,
4. und 5. Ammoniakalische Kupferchlorürlösung
für Kohlenoxyd,
6. Schwefelsaure Kupfersulfatlösung- β -Naphthol
für Kohlenoxydreste,
7. Kupferoxyd zur Verbrennung von Wasserstoff
und der Paraffinkohlenwasserstoffe.

Ausführung:

Nachdem man durch die Apparatur Stickstoff geleitet hat,
wird der mit dem zu untersuchenden Gas gefüllte Gassammler
an seinem weiten Hahn mit einem Wasser-Druckbehälter ver-
bunden, der mit Sperrflüssigkeit gefüllt ist. Der Kapillar-
hahn des Gassammlers wird an den Orsatapparat mittels eines
kurzen Schlauchstückes angeschlossen.

Man setzt nun den Gassammler unter Druck und spült zunächst
die Messbürette mit dem zu untersuchenden Gas aus. Nach dem
Einsaugen des Gases stellt man auf 100 ccm genau ein.
Zunächst beginnt man mit der Absorption des Kohlendioxyds
durch 4-5 maliges Durchleiten in die Kalilauge. Nach Ab-
lesung und Notierung des Standes der Sperrflüssigkeit in
der Messbürette wird das Gas in die rauchende Schwefelsäure
gedrückt. Ist nach mehrmaligem Durchleiten Volumenkonstanz
erreicht, so werden die mitgerissenen SO_3 -Dämpfe in der
Kalilauge absorbiert und dann erst der Stand der Messbürette
abgelesen und notiert. Der Sauerstoff wird von der alkalischen
Pyrogallollösung aufgenommen. Hierauf leitet man das Gas
in die ammoniakalische Kupferchlorürlösung beider Pipetten
und entfernt die Reste des Kohlenoxyds in der mit Kupfer-
sulfat- β -Naphthol beschickten Pipette. Die nun folgende
Verbrennung des Wasserstoffs erfolgt bei $280-300^\circ\text{C}$ über
Kupferoxyd. Ist Volumenkonstanz erreicht, kühlt man das
Verbrennungsrohr ab und liest den endgültigen Stand ab.
Die Verbrennung der Kohlenwasserstoffe wird bei Rotglut

Solange durchgeführt, bis keine Expansion mehr festzustellen ist. Das Verbrennungsrohr wird jetzt vorsichtig abgekühlt, der Stand der Sperrflüssigkeit abgelesen und das gebildete Kohlendioxyd in der Kalilauge absorbiert. Man führt zuletzt noch eine Nachverbrennung bei Rotglut unter direkter Absorption des Kohlendioxyds durch. Das Restvolumen ist Stickstoff.

Berechnung:

Der Prozentgehalt für Kohlendioxyd, schwere Kohlenwasserstoffe, Sauerstoff, Kohlenoxyd usw. ergibt sich ohne weiteres aus der Differenz der Volumina vor und nach der Absorption. Die mittlere Kohlenstoffzahl des Gemisches der Parafinkohlenwasserstoffe ergibt sich aus dem Quotienten

$$\frac{\text{ccm CO}_2}{\text{ccm C}_n\text{H}_{2n+2}}$$

$$\text{ccm C}_n\text{H}_{2n+2}$$

ccm CO₂ = Stand vor der CO₂-Absorption weniger N-Restvolumen
 ccm C_nH_{2n+2} = Stand nach der CO-Absorption weniger N-Restvolumen.

Sind nur 2 definierte Kohlenwasserstoffe vorhanden, so kann aus der Kohlenstoffzahl der prozentuale Anteil errechnet werden.

Reagenzien:

Kalilauge rein 1,30 (mindestens 31%) z. Anal. "Merck".
 Rauchende Schwefelsäure mit 25% SO₂ (Schwefelsäure, rauchend, etwa 40 und 20% SO₂ "Merck", 2+5 gemischt).

Alkalische Pyrogallollösung:

Pyrogallol, doppelt sublimiert, z. Anal. "Merck" in 40%iger Lösung. 1 Teil dieser Lösung wird mit 2 Teilen Kalilauge rein 1,30 (mindestens 31%) z. Anal. "Merck" gemischt.

Ammoniakalische Kupferchlorürlösung:

200 g Kupferchlorür z. Anal. "Merck" und 250 g Ammoniumchlorid z. Anal. "Merck" werden mit 750 ccm Wasser in verschlossener Flasche geschüttelt. Zu 3 Raumteilen dieser Lösung fügt man 1 Raumteil Ammoniaklösung C₉₁₀ = 24° Bé (mindestens 25%) z. Anal. "Merck" und gewahrt die Lösung über metallischem Kupfer auf.

β-Naphthollösung:

10 g Kupferoxyd, Pulver, z. Anal. "Merck" werden mit Wasser zu einem Brei angerührt. Den Brei versetzt man mit 200 ccm Schwefelsäure 1,84 (mindestens 96%) z. Anal. "Merck", dann mit 20 g β-Naphthol z. Anal. "Merck" und zum Schluss noch mit 50 ccm Schwefelsäure 1,84.

Falls die Lösung sich zu dick erweisen sollte, verdünnt man weiter mit Schwefelsäure 1,84.

Die Haltbarkeit der Lösung ist nur von beschränkter Dauer. Kupferoxyd, Drahtform, z. Anal. "Merck".

c) Bestimmung des Staubes.

Ausgeätherte und bei 105°C getrocknete Watte wird in ein mit Schliff versehenes Glasgefäß (Abbildung 3) gebracht und an das Entnahmerohr des zu untersuchenden Gases, das zweckmässig in die Gasleitung hineinreicht, angeschlossen. Die Strömungsgeschwindigkeit richtet sich nach der Geschwindigkeit des Gases in der Hauptleitung und soll dieser möglichst angeglichen sein. Sie beträgt in der Regel 100-300 Ltr./h. Die Gasmessung erfolgt hinter dem Staubbestimmungsröhrchen.

Nach beendigten Durchleiten wird das Röhrchen mehrere Stunden bei 105°C im Schrank getrocknet und nach dem Erkalten im Exsikkator gewogen.

Die Angabe des Staubgehaltes erfolgt in $\text{g}/100 \text{ m}^3$.

II. Trockenreinigung.1. Schwefelwasserstoffbestimmung.a) Qualitative Prüfung.

Um vergleichbare Werte zu erhalten, verwendet man ein Glasrohr von 8 mm Weite, das zu einer Düse von etwa 2 mm l.W. ausgezogen ist, sodass in der Zeiteinheit annähernd die gleiche Menge Gas auf das Papier trifft.

Zum Nachweis des Schwefelwasserstoffs hält man ein mit Bleiazetatlösung getränktes Filtrierpapier in etwa 1 cm Abstand von der Düse. Schwärzt sich das Papier in 1 Minute nicht merklich, so sind in dem Gas weniger als 0.2 g $H_2S/100 m^3$.

Reagens:

Bleiazetat z. Anal. "Merck" in 25%iger Lösung.

b) Quantitative Bestimmung.

Das zu untersuchende Gas wird durch ein mit essigsaurer Kadmiazetatlösung gefülltes Zehnkugellohr geleitet und dann mit einer Gasuhr gemessen.

Die Menge und Geschwindigkeit des Gases richtet sich nach dem Schwefelwasserstoffgehalt desselben. Zweckmässig wird der Versuch abgebrochen, wenn eine genügende Menge Kadmiumsulfid ausgefallen ist.

Der Sulfidniederschlag wird abfiltriert, mit essigsauerm Wasser gewaschen und samt dem Filter in einem Erlenmeyerschiffkolben (250 ccm Inhalt) mit 10-50 ccm n/10 Jodlösung versetzt. Man verdünnt mit wenig Wasser, setzt 10 ccm Salzsäure (1,19) zu und schüttelt so lange, bis der Niederschlag vollkommen gelöst ist. Dann wird das überschüssige Jod in Gegenwart von Stärkelösung mit n/10 Natriumthiosulfatlösung zurücktitriert.

1 ccm n/10 Jodlösung = 0.0017 g H_2S .

Berechnung:

$$\frac{\text{Verbr. ccm n/10 Jod-Lsg.} \times 0.0017 \times 100}{\text{gemessene Gasmenge in } m^3} = H_2S/100 m^3.$$

Reagenzien:

Kadmiazetatlösung (40 g Kadmiazetat z. Anal. "Merck" werden in 900 ccm Wasser gelöst. Die Lösung wird mit 100 ccm Eisessig 1,055-1,064 (mindestens 96%) z. Anal. "Merck" versetzt.

n/10 Jodlösung "Merck".
 n/10 Natriumthiosulfatlösung "Merck".
 Salzsäure, rauchend 1,19 (mindestens 37%) z. Anal. "Merck".
 Stärkelösung wie Seite 5.

2. Sauerstoffbestimmung.

Zur genauen Sauerstoffbestimmung verwendet man eine 1-Liter-Flasche (Abbildung 4)+, deren Inhalt man ermittelt, indem man zunächst die trockene leere Flasche und dann die bis zu dem Hähnen mit Wasser gefüllte wägt.

Ausführung:

Man lässt durch die trockene Flasche so lange Gas hindurchströmen, bis die Luft vollkommen verdrängt ist. Danach werden die Hähne geschlossen, die Flasche abgehängt und durch den Schlifftrichter Manganchlorürlösung (10 ccm/Ltr. Gas) eingefüllt (anderen Hahn lüften). Man spült mit etwas Wasser nach und bringt dann auf die gleiche Weise die notwendige Menge Kaliumjodidlösung (30 ccm/Ltr. Gas) in die Flasche.

Die verschlossene Flasche wird nun in einer schnellaufenden Schüttelmaschine 1-1/2 Stunden (Raumtemperatur mindestens 20°) geschüttelt. Hierauf versetzt man den Flascheninhalt mit Salzsäure (1,19) (10 ccm/Ltr. Gas), schwenkt gut um und titriert in Gegenwart von Stärkelösung das überschüssige Jod mit n/10 Natriumthiosulfatlösung.

1 ccm n/10 Natriumthiosulfatlösung = 0.560 N ccm Sauerstoff.

Berechnung:

Bei einem Barometerstand von B mm, einer Wasserdampf-tension von w mm, einer beobachteten Temperatur von t°C beträgt das reduzierte O-Volumen:

$$V_0 = \frac{V (B - w) 273}{760 (273 + t)}$$

$$\frac{\text{Verbr. ccm n/10 Na}_2\text{S}_2\text{O}_3\text{-Lsg.} \times 0.560 \times 100}{V_0} = \text{Vol.} \% \text{ O}_2$$

Reagenzien:

Manganchlorürlösung:

10 g Manganchlorür z. Anal. "Merck" werden in 100 ccm Wasser gelöst. Die Lösung wird mit 1 Tropfen Salzsäure, rauchend, 1,19 (mindestens 37%) z. Anal. "Merck" angesäuert.

+) vergl. H. Seebaum und E. Hartmann, Brennstoff-Chemie
 16, 323, 1935

Kaliumjodidlösung:

10 g Natriumhydroxyd rein, Plätzchenform, z. Anal. "Merck",
 35 g Kaliumnatriumtartrat z. Anal. "Merck" und 8.5 g Kalium-
 jodid z. Anal. "Merck" werden in 300 ccm Wasser gelöst. Zur
 Vermeidung der Bildung jodsaurer Salze wird die Lösung über
 einem Stückchen Silberblech aufbewahrt.
 Salzsäure, rauchend, 1,19 (mindestens 37%) z. Anal. "Merck".
~~n/10 Natriumthiosulfatlösung "Merck".~~
 Stärkelösung wie Seite 5.

Bemerkung:

Bei der Bestimmung des Sauerstoffgehaltes schwefelwasser-
 stoffhaltiger Gase muss der Schwefelwasserstoff vorher durch
 Kadmiumacetatlösung entfernt werden.
 Luxmasse darf zur Herausnahme des Schwefelwasserstoffs nicht
 verwandt werden.

3. Trockenreinigungsmasse.**Anforderungen an die Gasreinigungsmasse.**

Die Anforderungen, die an eine geeignete Gasreinigungsmasse
 gestellt werden müssen, sind folgende.

1. Die Masse soll im feuchten Originalzustand bröckelig, aber
 nicht sandig sein, und nach dem Zusammenpressen bei geringem
 Druck wieder zu Krümeln zerfallen. Im Originalzustand soll
 die Masse nur wenig Knollen aufweisen, die leicht zerdrück-
 bar sind.
2. Die Verteilung soll unter dem Mikroskop betrachtet eine
 ausserordentlich feine sein.
3. Verunreinigungen durch anorganische, körnige Stoffe, sowie
 durch Wurzelfasern oder Sägemehl sind, soweit deren Anteil
 sich in mässigen Grenzen bewegt, erwünscht, wenn sie zur
 Auflockerung beitragen.
4. Das Schüttgewicht der feuchten Masse soll bei loser
 Schüttung 0.8 kg/dm^3 nicht überschreiten.
5. Die Masse soll beim Einsetzen in den Reiniger praktisch
 frei von Huminsäure oder deren Salze sein und eine Wasser-
 stoffionenkonzentration von $p_H 7$ besitzen.

Ein Gehalt an Huminsäuren oder huminsäuren Salzen von 1%
 führt zu einer Versäuerung der Masse, wodurch sich die Reak-
 tionsgeschwindigkeit und das Gesamtaufnahmevermögen für
 Schwefelwasserstoff vermindern. Ferner besteht in diesem
 Fall die Möglichkeit einer erneuten Abspaltung von Schwefel-
 wasserstoff durch die Tätigkeit von Schwefelbakterien.

6. Der Anteil des wirksamen Eisenoxydhydrats vom Gesamtgehalt an Eisenoxyd soll mehr als 70% betragen, der Anteil des letzteren in der Masse mehr als 50% der lufttrockenen Substanz.

7. Neben einer genügenden Gesamtaufnahmefähigkeit für Schwefelwasserstoff (25 g S/100 g lufttrockene Substanz bei einmaliger Sättigung) soll im allgemeinen eine genügend hohe Reaktionsgeschwindigkeit für Schwefelwasserstoff vorhanden sein.

a) Bestimmung des Schwefelgehaltes ausgebrauchter Grobreinigungsmasse.

20 - 30 g der ausgebrauchten Masse, die man vorher in einem Trockenschrank bei 70°C getrocknet hat, werden in eine gewogene Soxhlethülse gebracht. Die gefüllte Hülse versieht man mit einem Filterhütchen, das in der Mitte ein kleines Loch besitzt, setzt sie in den Extraktionsapparat ein und füllt in den gewogenen Kolben 200 ccm frisch destillierten Schwefelkohlenstoff. Die Extraktion lässt man 5 Stunden laufen. Dann wird der Schwefelkohlenstoff abdestilliert, der Kolben kurze Zeit bei 50°C getrocknet und gewogen (a Gramm).

Trockenrückstand = Schwefel.

Zur Kontrolle wird die Hülse mit dem Extraktionsrückstand zunächst im Vakuum und dann im Trockenschrank getrocknet und gewogen (b Gramm).

Berechnung:

$$\frac{a \times 100}{\text{Einwaage} - a} = \% \text{ S bezogen auf S-freie Masse.}$$

$$\frac{a \times 100}{\text{Einwaage}} = \% \text{ S bezogen auf geschwefelte Masse.}$$

Reagens:

Schwefelkohlenstoff z. Anal. "Merck".

b) Bestimmung des Wassergehaltes.

aa) Frische Grobreinigungsmasse.

Man wägt mehrere rund 20 g schwere Proben in gewogene Porzellanschalen ein und trocknet sie bei 110°C 24 Stunden lang.

im Trockenschrank. Der Mittelwert der Gewichtsabnahme entspricht dem Wassergehalt.

Berechnung:

$$\frac{\text{Gewichtsabnahme} \times 100}{\text{Einwaage}} = \% \text{ Wasser, bezogen auf feuchte Masse.}$$

bb) Ausgebrauchte Grobreinigungsmasse.

20 g einer unter 1 mm zerkleinerten Durchschnittsprobe werden 5 Stunden lang bei 70°C getrocknet.

Gewichtsverlust = Wassergehalt.

Berechnung:

$$\frac{\text{Gewichtsverlust} \times 100}{\text{Einwaage}} = \% \text{ Wasser, bezogen auf trockene Masse.}$$

c) Bestimmung der Schwefelaufnahmefähigkeit.

Verfahren nach H. Broche, H. Nedelmann und H. Thomas (Brennstoff-Chemie 13, 205; 1932).

Apparatur:

Das Beladungsrohr besteht aus einem unten konisch verjüngten Glasrohr (100 mm lang, 32 mm Ø), das oben mit einem durchbohrten Gummistopfen abgeschlossen ist, durch den die Abgase abgeleitet werden. Die Verjüngung, auf der ein Porzellansieb zur Aufnahme der Masse liegt, setzt sich in ein gebogenes Glasrohr fort, an das ein Blasenähler angeschlossen ist. Der Blasenähler steht durch ein Gabelrohr mit einem Schwefelwasserstoffentwicklungsapparat bzw. der Luftzuleitung in Verbindung. Die ganze Apparatur (Abbildung 5) hängt in einem Wasserbade.

Ausführung:

Eine gute Durchschnittsprobe der zu untersuchenden, feuchten Masse (entsprechend 20 g trockener Substanz) wird gleichmässig und locker in das Beladungsrohr gefüllt und 1 Stunde lang bei gewöhnlicher Temperatur Schwefelwasserstoff mit einer Geschwindigkeit von 2 Blasen/sek. durchgeleitet.

Hierauf leitet man 2 Stunden lang einen Luftstrom von 5-6 Blasen/sek. durch, wobei das Wasserbad auf 30-40°C erwärmt wird. Die Operationen des Beladens und Regenerierens werden etwa 30 mal wiederholt.

Nach Beendigung der Behandlung wird die beladene Masse quantitativ in ein flaches Porzellanschälchen gebracht und bei 70°C getrocknet. Hierauf wird der Schwefelgehalt nach Abschnitt a), Seite 23 bestimmt.

Berechnung:

Ist a die gefundene Schwefelmenge in Grammen, so ist die Schwefelkapazität

$$\frac{100 \times a}{20 + a} = \% S.$$

Die von 100 g trockener Masse aufgenommene Schwefelmenge beträgt

$$\frac{a \times 100}{20} = g S.$$

Reagens:

Den Schwefelwasserstoff entwickelt man in einem Kippschen Apparat durch Einwirkenlassen von Salzsäure 1,124-1,126 (mindestens 25%) z. Anal. "Merck" 1+3 verdünnt auf Eisensulfür, Stücke, z. Anal. "Merck". Zur Reinigung leitet man den Gasstrom durch eine mit Wasser gefüllte Waschflasche.

III. Feinreinigung.1. Gasuntersuchung.a) Bestimmung des organisch gebundenen Schwefels.aa) Verfahren nach O. Roelen und W. FeistPrinzip:

Das zu untersuchende Gas wird in einem Verbrennungsapparat mit einer Strömungsgeschwindigkeit von 50-100 Ltr./h. verbrannt unter Ansaugen eines Luftstromes von etwa 400 Ltr./h, wobei die Schwefelverbindungen SO_2 liefern, das in verdünnter Natriumkarbonatlösung aufgefangen wird. Nach Weiteroxydation zu Schwefelsäure wird als BaSO_4 gefällt und gewogen.

Apparatur:

Die Apparatur (Abbildung 6) besteht aus einem weiten Verbrennungsrohr aus Jenaer Glas, an das ein kleiner Schlangenkühler angeschmolzen ist, zwei Schottischen Waschflaschen, einer Luftwaschflasche und einer Verbrennungsdüse aus Quarz. Hinzu kommen eine Gasuhr und eine Wasserstrahlpumpe.

Ausführung:

Vor der Verbrennung wird die frisch gefüllte Gasuhr mit mindestens 100-200 Ltr. des zu untersuchenden Gases ausgespült und gesättigt, die beiden Waschflaschen peinlichst gesäubert und wie folgt gefüllt:

<u>Waschflasche I:</u>	zu 100 ccm dest. Wasser werden bei einem		
S-Gehalt von 30 g S/100 m ³		20 ccm n/10 Natriumkarbonatlsg.	
" " 15 g "		10 ccm " "	
" " 5 g "		3 ccm " "	

vorgelegt.

<u>Waschflasche II:</u>	zu 50 ccm dest. Wasser werden bei einem		
S-Gehalt von 30 g S/100 m ³		10 ccm n/10 Natriumkarbonatlsg.	
" " 15 g "		5 ccm " "	
" " 5 g "		2 ccm " "	

vorgelegt.

Zu diesen Lösungen gibt man noch einige Tropfen Bromphenolblaulösung als Indikator, um zu erkennen, ob bei unvorhergesehenem höheren Schwefelgehalt das vorgelegte Karbonat verbraucht ist.

Die Luftwaschflasche wird mit einer sehr verdünnten karbonatalkalischen Kaliumferrizyanidlösung gefüllt.

Hierauf wird durch Anschliessen einer Wasserstrahlpumpe an Waschflasche II die Verbrennungsluft geregelt, der Gasstrom an der Düse gedrosselt und nach Einführung derselben in das Verbrennungsrohr auf 50-100 Ltr./h eingestellt.

Nachdem etwa 100 Liter Gas verbrannt sind, saugt man zur Abkühlung des Verbrennungsrohres noch einige Zeit Luft durch, spült es einigemal mit Wasser aus, bringt das Spülwasser und den Inhalt der Waschflaschen I und II in einen Erlenmeyerkolben und titriert das überschüssige Natriumkarbonat mit n/10 Salzsäure bis zum Umschlag des Indikators in Stahlblau.

1 ccm n/10 Natriumkarbonatlösung = 0,0016 g Schwefel.

Berechnung:

$$\frac{a \times 0,0016}{b} = \text{g S/Nl.}$$

Nach der Titration mit n/10 Salzsäure wird die Lösung mit Ammoniak (0,91) und etwas Perhydrol versetzt, zum Sieden erhitzt und auf etwa 50 ccm eingedampft. Die mit Salzsäure (1,12) angesäuerte Lösung wird sinngemäss nach Seite 3 weiter behandelt.

Auswaage: BaSO₄.

Berechnung:

$$\frac{\text{Auswaage} \times 0,1373}{b} = \text{g S/Nl.}$$

a = die von SO₂ bei der Verbrennung verbrauchten ccm n/10 Natriumkarbonatlösung

b = die verbrannte Gasmenge in Nl.

Der Schwefelgehalt wird in Grammen/100 Nm³ angegeben.

Reagenzien:

n/10 Natriumkarbonatlösung "Merck".

n/10 Salzsäure "Merck".

Kaliumferrizyanid z.Anal. "Merck" in sehr verdünnter Lösung.

Bromphenolblau "Merck" in 0,04%iger Lösung.

Ammoniaklösung 0,910 = 24°Bé (mindestens 25%) z.Anal. "Merck".

Perhydrol z.Anal. "Merck".

Salzsäure 1,124-1,126 (mindestens 25%) z.Anal. "Merck".

Siehe auch Seite 3.

bb) Überführung des organisch gebundenen Schwefels in Schwefelwasserstoff.

Prinzip:

Die organischen Schwefelverbindungen des zu untersuchenden Gases werden bei Temperaturen oberhalb 800°C in reduzierender Atmosphäre über Quarzstückchen geleitet, wobei Schwefelwasserstoff gebildet wird, der über Kadmiumsulfid in bekannter Weise bestimmt wird.

Apparatur:

Ein mit Quarzstücken gefülltes Rohr liegt in einem elektrisch heizbaren Ofen, in dem Platz für mehrere Rohre ist. An das Rohr ist ein Zehnkugelrohr mit Kadmiunazetatlösung ange-schlossen, daran eine Gasuhr (Abbildung 7).

Ausführung:

Man heizt den elektrischen Ofen auf etwa 900-1000°C, lässt zunächst eine grössere Menge Gas (etwa 100 Ltr./h) hindurchströmen und schliesst nach einiger Zeit das Zehnkugelrohr und die Gasuhr an. Nachdem sich eine messbare Menge Kadmiun-sulfid abgeschieden hat, liest man den Messerstand ab und behandelt zur S-Bestimmung das Kadmiun-sulfid nach Seite 20.

1 ccm n/10 Jodlösung = 0,0016 g Schwefel.

Berechnung:

Siehe Seite 20.

Reagenzien:

Siehe Seite 20/21

Bemerkung:

Ist das zu untersuchende Gas schwefelwasserstoffhaltig, so wird der Schwefelwasserstoff durch eine Kadmiunazetatlösung, die man in einem Zehnkugelrohr vor das Heizrohr geschaltet hat, abgefangen.

Schwierigkeiten treten bei der geschilderten Art der Bestimmung nur dann auf, wenn das zu untersuchende Gas cyclische Schwefelverbindungen enthält, was bei Kokereigas der Fall ist

Eine weitere Methode der Überführung von organisch gebundenem Schwefel in Schwefelwasserstoff ist im folgenden beschrieben:

Prinzip:

Der organisch gebundene Schwefel wird in Gegenwart von Wasserdampf katalytisch zu Schwefelwasserstoff reduziert, dieser in Kadmiun-sulfid übergeführt und schliesslich jodo-metrisch bestimmt.

Apparatur:

Als Kontakt dient ein 0,5 mm starker Platindraht von 1 m Länge, der zu einer Spirale von 15 mm Windungsdurchmesser aufgewickelt ist. Die beiden Drahtenden werden an starke Elektroden angeschlossen, die mit Quarzschliffkappen beider-seits in ein Bergkristallrohr +) eingeführt sind.

Die Beladung des Gases mit Wasserdampf erfolgt in einer Schottischen Frittenwaschflasche, die in einem Wasserbad auf 80-90°C erwärmt wird. Es ist zweckmässig, die Flasche mit einem Tropfrichter aufsatz zu versehen, um eine bequemere Ergänzung des verdampften Wassers vornehmen zu können (Abbildung 8).

+) Herstellerfirma: Platinschmelz G.Siebert GmbH., Hanau.

Ausführung:

Nachdem man das Wasser in der vorgeschalteten Waschflasche auf 80-90° C angeheizt hat, wird die Luft durch das zu untersuchende Gas aus der Apparatur verdrängt. Dann erst schaltet man den Strom unter Bedienung des vorgeschalteten Widerstandes ein und liest den Stand der Gasuhr ab. Der Gasstrom wird auf 50-80 Ltr./h eingestellt und solange durchgeleitet, bis in der vorgelegten Kadmi-umazetatlösung sich eine genügende Menge Kadmiumsulfid abgeschieden hat. Nun schaltet man die Heizung aus und stellt den Gasstrom ab. Die Gasuhr wird abgelesen. Das ausgeschiedene Kadmiumsulfid wird sinngemäss nach Seite 20 weiterbehandelt.

Bemerkung:

Beim Einschalten des Stromes ist zu beachten, dass wegen des geringen Widerstandes des Platins im kalten Zustand im ersten Augenblick die Stromaufnahme sehr hoch werden kann und dabei die Gefahr für das Durchbrennen des Drahtes besteht, falls nicht mit einem Regulierwiderstand erst allmählich einsetzenden Glühen die volle Strombelastung eingeschaltet wird. Bei einem 0,5 mm starken Draht soll die Stromstärke etwa 14-15 Amp., die am Platindraht liegende Spannung 35 Volt betragen.

Berechnung:

Siehe Seite 20.

Reagenzien:

Siehe Seite 20.

b) Qualitative Prüfung auf organische Schwefelverbindungenaa) Schwefelkohlenstoff×) Prüfung mit Triäthylphosphin

Leitet man das zu prüfende Gas durch eine ätherische Lösung von Triäthylphosphin, so entsteht bei Anwesenheit von Schwefelkohlenstoff eine rote kristallinische Fällung

Reagens:

Ätherische Lösung von Triäthylphosphin

2733 - 0/4 11

b) Prüfung mit alkoholischer Kalilauge.

Leitet man das zu prüfende Gas durch eine Lösung kalter alkoholischer Kalilauge, so tritt bei Anwesenheit von Schwefelkohlenstoff Gelbfärbung ein (Bildung von Kaliumxanthogenat). Verdampft man den Alkohol auf dem Wasserbade, säuert die Lösung mit Essigsäure an und versetzt sie mit Kupfersulfatlösung, so entsteht ein gelber, voluminöser Niederschlag von Cuproxanthogenat.

Reagenzien:

Alkoholische Kalilauge (5 g Kaliumhydroxyd rein, Plätzchenform, ~~zur Analyse MERCK~~ werden in 5-10 ccm Wasser gelöst. Die Lösung verdünnt man mit Alkohol 96 Volumenprozent auf 100 ccm. Kupfersulfat ~~zur Analyse MERCK~~ in 2%iger Lösung. Eisessig 1,055 - 1,064 (mindestens 96 %) ~~zur Analyse MERCK~~.

bb) Thiophen.

Leitet man durch eine Lösung von Isatin-Schwefelsäure einen Gasstrom, so entsteht bei Anwesenheit von Thiophen eine tiefblaue Färbung (Indopheninreaktion).

Reagenzien:

Lösung einer kleinen Menge Isatin ~~zur Analyse MERCK~~ in Schwefelsäure 1,84 (mindestens 96 %) ~~zur Analyse MERCK~~.

c) Kolorimetrische Bestimmungen.

Man leitet das zu prüfende Gas zunächst durch verdünnte Kalilauge, um den Schwefelwasserstoff und das Kohlenoxy-sulfid zu entfernen. Hierauf lässt man das Gas (30 Ltr./h) 30 Minuten lang durch 5ccm alkoholische Kalilauge strömen. Versetzt man danach die alkoholische Kalilauge mit 1 Tropfen Kupfersulfatlösung und säuert mit Eisessig an, so beobachtet man je nach Schwefelkohlenstoffgehalt eine Gelbfärbung bis Bildung eines gelben Niederschlages. An der Hand von Vergleichslösungen kann die ursprünglich im Gas vorhandene Menge Schwefelkohlenstoff ermittelt werden. [Z.B. vor der Feinreinigung starke gelbe Trübung = 1-2 g CS₂/100 m³.

Reagenzien:

Siehe Seite 30.

Ein anderes kolorimetrisches Verfahren wird im folgenden beschrieben.

Apparatur:

Das photoelektrische Kolorimeter besteht aus einem Gehäuse mit 3 senkrecht übereinander angeordneten Fächern. Zur Erzielung eines parallelen Strahlenbündels ist am Boden im Brennpunkt eines parabolischen Spiegels eine 6 Volt-6 Wattlampe angeordnet. Das Licht trifft, nachdem es durch eine 10%ige Kupfersulfatlösung gefiltert ist, im oberen Teil der Apparatur auf die zu untersuchende Lösung. Das von dieser durchgelassene Licht gelangt auf eine lichtempfindliche Zelle, die mit einem Mikroampéremeter verbunden ist. Die Eichung geschieht mit einem mit einer bestimmten Menge Schwefelkohlenstoff beladenen Stickstoffstrom.

Ausführung:

Man leitet eine gemessene Gasmenge mit einer Strömungsgeschwindigkeit von etwa 100 Ltr./h durch eine mit 20 ccm Piperidinlösung beschickte Waschflasche. Nach beendigem Durchleiten werden 5 ccm Kupfersalzlösung zugegeben. Hierauf ~~wird~~ die Lösung kolorimetriert, wobei der CS_2 -Gehalt direkt auf einer geeichten Kurve abgelesen werden kann. Die Genauigkeit der Methode liegt bei etwa 0,03 g S/100 m³.

Bemerkung:

Kohlenoxysulfid gibt eine ähnliche Reaktion, wird aber bereits nach 5 Minuten fast vollständig zerstört. Gegen Thio-phen ist die Reaktion unempfindlich. Der Einfluss von Merkaptanen ist auch zu vernachlässigen. Schwefelwasserstoff muss vorher entfernt werden.

Reagenzien:

1%ige Lösung von Piperidin, reinst MERCK in Monochlorbenzol, reinst, MERCK.
0,25%ige Lösung von Kupferoleat in Monochlorbenzol, reinst, MERCK.

d) Bestimmung des Schwefelwasserstoffs.

Siehe Seite 20.

e) Bestimmung des Sauerstoffs.

Siehe Seite 21.

2.) Frische Reinigungsmasse.a) Aktivitätsprüfung.Apparatur:

Die Anordnung der Apparatur ist aus Abbildung 9 ersichtlich.

Ausführung:

Zur Prüfung der Reinigungswirkung frischer Feinreinigungsmasse werden 100 g der auf 3-5 mm Korngröße zerkleinerten Durchschnittsprobe in ein 1,40 m langes Supremaxrohr (15-18 mm lichte Weite) eingefüllt und zur Vermeidung des Verwackelns beiderseits lose Glaswollestopfen angebracht. Das Rohr schiebt man nun in den Aluminiumblechofen, heizt auf 230° C an und leitet Wassergas (50-100 Litr./h) durch.

Der nicht absorbierte Schwefelwasserstoff wird von der Kadmiumacetatlösung aufgenommen und nach Seite bestimmt, während die Bestimmung des nicht aufgenommenen organisch gebundenen Schwefels nach Seite ausgeführt wird.

Eine normale Masse mit etwa 40-50 % Porosität zeigt annähernd den in Abbildung 10 angegebenen Absorptionsverlauf, wobei ein Wassergas von 17-18 g org. S/100 Hm³ zugrunde gelegt ist.

Bemerkung:

Den Schwefelwasserstoff bestimmt man ununterbrochen, indem man das Zehnkugelmessrohr etwa alle 24 Stunden wechselt. Die Bestimmung des organisch gebundenen Schwefels erfolgt alle 2-3 Tage.

b) Bestimmung der Porosität.Apparatur:

Ein nach unten verjüngtes Glasgefäß, das seitlich einen Ablasshahn besitzt und mit 2 Markierungen versehen ist. (Das markierte Volumen beträgt 30 ccm). Der Ablasshahn ist mit einer Messröhre verbunden, die 30 ccm fasst und 710 ccm Teilung aufweist (Abbildung 11).

Ausführung:

Das Glasgefäß wird bis zur oberen Marke mit hochsiedendem Benzin (Kp 130-150°) gefüllt. Hierauf bringt man 8-10 g einer getrockneten Durchschnittsprobe so in das Benzin, dass die Körner die obere Marke nicht übersteigen. Dann wartet man, bis die Luft aus der Masse vollständig verdrängt ist und lässt das über der oberen Marke stehende Benzin, das dem wirklichen Volumen der Masse entspricht, ab (a ccm). Hierauf lässt man das Benzin bis zur unteren Marke ablaufen, wartet 3 Minuten und lässt die nachgetropfte Flüssigkeit ab (b ccm).

Berechnung:

$$\frac{30 - (b + a)}{30 - b} = \text{Vol. \% Porosität.}$$

c) Bestimmung des Sodagehaltes.

Die getrocknete Probe der Wasserbestimmung wird fein gepulvert, nochmals gewogen und in einem 500-ccm-Erlenmeyerkolben mit 2 - 300 ccm Wasser längere Zeit gekocht. Hierauf wird heiss filtriert und der Filtrerrückstand mit heissem Wasser gut ausgewaschen. Das Filtrat und die Waschwässer werden nach dem Erkalten in einem 1-Liter-Messkolben bis zur Marke verdünnt. 100 ccm der Verdünnung werden mit 1-2 Tropfen Methylrotlösung angefärbt und mit n/l Salzsäure bis zum Farbumschlag titriert.

1 ccm n/l Salzsäure = 0,053 g Soda.

Berechnung:

$$\frac{10 \times \text{Verbr. ccm n/l HCl} \times 0,053 \times 100}{\text{Einwaage}} = \% \text{ Soda.}$$

Reagenzien:

n/l Salzsäure "Merck".
Methylrot-Lösung 0,1%ig "Merck".

d) Bestimmung des Wassergehaltes.

10 g einer guten Durchschnittsprobe der Feinreinigungsmasse werden in einem Porzellantiegel mindestens 6-8 Stunden bei 105° C im Trockenschrank getrocknet.

Gewichtsverlust = Wassergehalt.

Berechnung:

$$\frac{\text{Gewichtsverlust} \times 100}{\text{Einwaage}} = \% \text{ Wasser.}$$

e) Bestimmung des Schüttgewichtes.

Ein 250-ccm-Messzylinder wird mit der zu untersuchenden Probe bis zur Marke gefüllt, dann dreimal aufgestossen und evtl. bis zur Marke nachgefüllt und gewogen.

Berechnung:

$$\frac{\text{Volumen des Messzylinders}}{\text{Gewicht der Probe}} = \text{lockeres Schüttgewicht.}$$

3. Erschöpfte Reinigungsmasse.a) Bestimmung des Sulfidschwefels.Apparatur:

Ein Kochkolben mit aufgesetztem Kühler, durch dessen Mitte

ein bis auf den Boden des Kolbens reichendes Rohr führt, das an seinem oberen Ende einen Kugeltrichter zur Aufnahme von Säure trägt. Der Kühler ist zweckmässig als Absorptionsgefäss ausgebildet, so dass die Vorlage (Zehnkugelrohr) mit der Kadmiumazetatlösung direkt angeschlossen werden kann.

Ausführung

Zunächst wird eine grössere Durchschnittsprobe gepulvert. Je nach dem Schwefelgehalt der zu untersuchenden ausgebrachten Masse werden 1-5 g in den Kochkolben eingewogen. Der Kühler wird zur Hälfte mit Wasser gefüllt und das mit Kadmiumazetatlösung beschickte Zehnkugelrohr angeschlossen. Nachdem man die Luft aus dem Kolben durch Kohlendioxyd verdrängt hat, lässt man aus dem Tropftrichter Salzsäure (1,12) langsam zufließen. Nachdem die Haupteinwirkung vorüber ist, erwärmt man den Kolbeninhalt und treibt mit einem Kohlendioxydstrom den Schwefelwasserstoff in die Kadmiumazetatlösung über. Nach beendeter Reaktion wird das Kadmiumsulfid zur Schwefelwasserstoffbestimmung nach Seite 20 weiterbehandelt.

1 cem n/10 Jodlösung = 0,0016 g Schwefel.

Berechnung:

$$\frac{\text{Verbr. cem n/10 Jodlösung} \times 0,0016 \times 100}{\text{Einwaage}} = \% \text{ S.}$$

Einwaage

Reagenzien:

Salzsäure 1,124 - 1,126 (Mindestens 25 %) z. Anal. "Merck".
Siehe auch Seite 20.

b) Bestimmung des Gesamtschwefels.

1 g der gepulverten Probe wird mit 2,5 g Natriumsuperoxyd und 2 g wasserfreiem Natriumkarbonat in einem Nickeltiegel 10 Minuten lang zunächst mit kleiner Flamme erhitzt, bis das Gemisch erweicht ist und zusammenbackt. Dann steigert man die Temperatur, bis die Schmelze gleichmässig zu fließen beginnt. Nach dem Erkalten laugt man den Tiegelinhalt aus, oxydiert mit Bromsalzsäure, verdampft das überschüssige Brom unter dem Abzug, filtriert evtl. die Lösung und bestimmt im Filtrat die Schwefelsäure anhangemäss nach Seite 3.

Auswaage: BaSO₄.

Berechnung:

Siehe Seite 3.

Reagenzien:

Natriumsuperoxyd z. Anal. "Merck".
Natriumcarbonat, wasserfrei, z. Anal. "Merck".
Bromsalzsäure: 500 ccm Salzsäure, rauchend, 1,19 (Mindestens 37%) z. Anal. "Merck", 500 ccm dest. Wasser und 100 ccm Brom z. Anal. "Merck".
Siehe auch Seite 3.

II. Konvertierung.1. Konvertgasanalysen.a) Probenahme.

Die Probenahme erfolgt nach denselben Gesichtspunkten wie auf Seite 16 beschrieben.

b) Gasanalyse

Die Ausführung wird sinngemäss nach Seite 16-18 vorgenommen.

2. Bestimmung des Schwefelwasserstoffs vor und nach der Konvertierung.

Die Bestimmung wird nach Seite 20 ausgeführt.

3. Wasserdampfbestimmung vor dem Konvertierungssofen.

wird noch geliefert.

V. Synthese.

1. Gasuntersuchung

Zur Untersuchung gelangen Synthesegas I und II und Endgas I und II.

a) Probenahme.

Sie erfolgt nach den auf Seite 16 gegebenen Vorschriften.

b) Gasanalyse.

Die Untersuchung wird nach dem auf den Seiten 16-18 beschriebenen Verfahren ausgeführt.

c) Stickstoff-Feinbestimmung

Apparatur.

Diese besteht aus einer Messburette (300 ccm Inhalt) mit Verjüngung, einem Verbrennungsofen mit kupferoxyd-gefülltem NCl_3 -Verbrennungsrohr und einer Absorptionspipette (500 ccm Inhalt) nach Tramm, die mit 30 %iger Kalilauge gefüllt ist.

Diese Geräte sind an einem Metallgerüst angebracht, das etwa halb so lang ist wie das eines normalen Orsatapparates. Die Niveauflasche der Messburette fasst 500 ccm Sperrflüssigkeit (Abbildung 12).

Ausführung:

Nachdem das Kupferoxyd im Verbrennungsrohr bei Luftzutritt genügend erhitzt und die erkaltete Apparatur mit reinem Stickstoff ausgespült wurde, füllt man aus einem grossen Gasseamler 300 ccm Gas in die Messburette. Nach genauer Einstellung des Sperrflüssigkeitsspiegels erhitzt man den Verbrennungsofen auf Rotglut und leitet das Gas solange durch das Rohr, bis keine Volumenabnahme mehr feststellbar ist. Das Restgas wird nach dem Erkalten gemessen und als Stickstoff in Rechnung gebracht.

Berechnung:

$$\frac{\text{ccm Restgas} \times 100}{300} = \% \text{ Stickstoff.}$$

Reagenzien:

Kalilauge, rein, 1,30 (mindestens 31 %) zur Analyse MERCK,
Kupferoxyd, Drahtform, zur Analyse MERCK.

d) Bestimmung des Wassergehaltes.aa) Wassergehalt liegt unter der Wassertension.

In diesem Falle absorbiert man das Wasser, indem man an das Entnahmerohr hintereinander 2 gewogene, mit Kalziumchlorid und Phosphorsäureanhydrid gefüllte U-Röhrchen (Abbildung 13) anschliesst oder verdichtet den Wasserdampf in einer gewogenen, mit flüssiger Luft gekühlten Vorlage (Abbildung 13). Man lässt das zu untersuchende Gas durch die Apparatur so streichen, dass das Thermometer bei vorher heissen Gasen nicht mehr als 20-30° anzeigt und die Strömungsgeschwindigkeit nicht mehr als 200 Ltr./h beträgt. Das Gas wird solange durchgeleitet, bis eine gut wägbar Menge Wasser festzustellen ist.

Reagenzien:

Kalziumchlorid trocken, mittelkörnig zur Analyse MERCK.
Phosphorsäureanhydrid zur Analyse MERCK.

bb) Wassergehalt liegt wesentlich über der Wassertension.

Das Gerät (Abbildung 14) wird an das Entnahmerohr der Gasleitung angeschlossen und in der vorher angegebenen Weise das zu untersuchende Gas durchgeleitet. Gleichzeitig wird am Thermometer die Temperatur und am Manometer der Druck in mm W.S. beobachtet und über die ganze Dauer der Messung in kurzen Zeitabständen vermerkt. Die Messung ist beendet, wenn sich 50-100 ccm Wasser abgeschieden haben.

Das Gasvolumen wird auf Nm³ trockenes Gas umgerechnet und das abgeschiedene Wasser in Grammen darauf bezogen. Da das austretende Gas eine der Temperatur entsprechende Restfeuchtigkeit mitführt, ist die der Austrittstemperatur entsprechende Wassermenge in g/Nm³ noch zuzuzählen.

Berechnung:

$$V_{0a} = \frac{V (B + p - w) 273}{760 (273 + t)}$$

$$\frac{G}{V_{0a}} + w_1 = g \text{ Wasser/Nm}^3.$$

V = angewandte Gasmenge in m^3
 B = mittlerer reduzierter Barometerstand
 p = mittlerer Gasüberdruck
 w = Spannung des Wasserdampfes bei t°
 t = mittlere Gastemperatur
 G = Wasser im Messgefäß in Grammen
 V_0 = reduzierte Gasvolumen (Normalvolumen)
 w_1 = Feuchtigkeit des bei t gesättigten Gases

e) Bestimmung des Heizwertes.

Unter Heizwert eines Gases versteht man die Wärmemenge in Kcal., die bei der restlosen Verbrennung eines Normalkubikmeters (Nm^3) frei wird. Leitet man die Verbrennung so, dass dabei hierbei entstehende Wasser verflüssigt wird, so erhält man den oberen Heizwert, bleibt jedoch die Dampfphase erhalten, ergibt sich unter Verlust der Kondensationswärme (rund 600 Kcal./kg H_2O) der untere Heizwert.

aa) Rechnerisch aus der Analyse.

Da der Heizwert eines Gasgemisches gleich der Summe der Verbrennungswärmen der einzelnen brennbaren Gasbestandteile ist und die Verbrennungswärmen der einzelnen reinen Gase bekannt sind, lässt sich der Heizwert von Gasgemischen aus der Analyse errechnen.

Bei der Errechnung des unteren Heizwertes werden die Prozentgehalte der Gasbestandteile mit den unteren Heizwerten der reinen Gase in gleicher Weise multipliziert und die Produkte addiert.

Der untere Heizwert ist in der Regel rund 10 % kleiner als der obere Heizwert.

Berechnungsbeispiel:

Bestandteil	Prozentgehalt	Verbrennungswärme H_0 für 10 Nm^3 des reinen Gases	oberer Heizwert
CO_2 1)	13,3	-	-
C_nH_m	0,2	182,00 Kcal	36 Kcal
O_2	0,0	-	-
CO	28,9	30,34 Kcal	877 Kcal
H_2 2)	53,6	30,52 Kcal	1636 Kcal
CH_4	0,7	97,27 Kcal	67 Kcal
N_2	3,3	-	-
	100,00		2616 Kcal

1) Heizwert H für 1 Nm^3 mit 18200 Kcal angenommen.
 2) Bei einer höheren C-Zahl muss der entsprechende Heizwert eingesetzt werden (siehe folgende Tabelle, Abbildung 15).

**bb) mit dem Explosionskalorimeter nach
Strache-Löffler**

Prinzip:

Eine in einer Pipette abgemessene Gasmenge wird mit Luft vermischt zur Explosion gebracht. Die dabei entwickelte Wärmemenge wird restlos auf eine Kalorimeterflüssigkeit übertragen, deren Temperaturanstieg an einer Thermometerskala abgelesen werden kann. Dieser Temperaturanstieg ist ein Mass für den Heizwert des Gases.

Apparatur:

Das Gerät (Abbildung 16) besteht aus einer Explosionskugel, mehreren verschiedenen grossen geeichten Messpipetten, die mit einer Klammer an den Eintrittsdreiweghahn angeschlossen werden können, einen Niveaufass mit Wasserstandsglas zur Ablesung des Standes der Sperrflüssigkeit, das durch einen Keilzug gehoben und gesenkt werden kann, einem kleinen Induktor für die Funkenzündung, die an dem Aufleuchten einer Argonröhre kontrolliert werden kann und dem Explosionsthermometer mit Ableselupe.

Ausführung:

Je nach dem Heizwert des Gases wird eine der 4 Pipetten an den Apparat angeschlossen. Durch Heben des Niveaufasses wird die Explosionskugel mit Wasser gefüllt, wobei Hahn 2 geöffnet und durch Drehen des Hahnes 1 die Explosionskugel mit der Messpipette verbunden wird. Hierauf wird durch Verstellen des Hahnes 1 die Pipette mit dem Gaseintrittsrohr verbunden, dem ein Blasenähler vorgeschaltet ist. Bei staubhaltigen Gasen muss ein Wattefilter zwischengeschaltet werden. Ist die Messpipette mit dem zu untersuchenden Gas gut ausgespült, so wird nach Drehen des Hahnes 1 das Niveaufass gesenkt, sodass der Gasinhalt der Messpipette durch die nachströmende Luft quantitativ in die Explosionskugel gespült wird.

Nach Schliessen der Hähne 1 und 2 wird der Stand des Explosionsthermometers abgelesen und durch einen Druckschalter das Gas-Luft-Gemisch gezündet. Nachdem der Meniskus des Thermometers annähernd zur Ruhe gekommen ist, wird Hahn 1 zum Druckausgleich kurz geöffnet und nun das Steigen des Thermometers bis zum Maximum verfolgt.

Die Bestimmung muss mehrmals wiederholt und das Mittel aus den Bestimmungen als Heizwert angegeben werden.

Berechnung:

$$H_0 = (t_2 - t_1) \times a \times F \text{ kcal/Hm}^3$$

t_1 = Ausgangstemperatur

t_2 = Maximaltemperatur

a = Eichfaktor der verwendeten Messpipette

F = Reduktionsfaktor

$$F = \frac{B_0 \times T_1}{B_1 \times T_0}$$

cc) mit dem Kalorimeter nach Prof. Junkers.

Prinzip:

Zur Heizwertbestimmung wird die Wärmemenge ermittelt, die bei der Verbrennung einer gemessenen Gasmenge entstanden und von einer gemessenen Menge Wasser aufgenommen ist. Gemessen wird in einem strömenden System.

Apparatur:

Sie ist aus Abbildung 17 ersichtlich.

Wirkungsweise:

Wasserstrom:

Das Wasser tritt bei I ein und muss so eingestellt werden, dass es bei II ziemlich stark überläuft. Das in den Kühlmantel eintretende Wasser steht nun unter dem gleichmäßigen Druck der Wassersäule des Überlaufs und wird durch das Handrad des Wasserregulierhahnes eingestellt. Das Wasser nimmt seinen Weg durch den äußeren Kalorimetermantel, dann durch mehrere innere Kalorimeterwände und tritt durch den Wasserüberlauf aus. Die Wassertemperaturen werden mit in 1/10 Grade geteilten Thermometern an der Ein- und Austrittsstelle gemessen. Zum Messen des Kühlwassers befindet sich an dem Überlauf ein Umstellhahn.

Gasstrom:

Der Brenner muss genau in der Mitte unter dem Kalorimeter befestigt sein, darf nicht rucken und muss etwa 50-100 Ltr./h Gas verbrennen. Die heissen Verbrennungsgase werden im Gegenstrom zum Kühlwasser durch die inneren Kalorimeterwände geleitet und verlassen den Apparat an dem Austrittsstutzen. Hierbei wird der bei der Verbrennung entstandene Wasserdampf verdichtet und das Kondenswasser aufgefangen.

Ausführung:

Zunächst wird das Wasser eingestellt und dann der mit schwach entleuchteter Flamme brennende Brenner unter dem Kalorimeter angebracht. Danach werden Gas- und Wasserstrom so geregelt, dass zwischen ein- und austretendem Wasser 10-12° und zwischen Gasein- und Gasaustritt, sowie äusserer Lufttemperatur kein Temperaturunterschied besteht.

Vor der Messung wartet man solange, bis sich das Gerät im Wärmegleichgewicht befindet, d.h., bis das Kondenswasser gleichmässig tropft und die Gas- und Wassertemperaturen schon einige Zeit den vorgenannten Verhältnissen entsprechen. Nun werden in gleichmässigen Abständen von 1/2 Minute die Temperaturen des Wasserein- und Wasseraustritts abgelesen und notiert. Zur Messung des Kühlwassers lässt man durch Umstellen des Dreiweghahnes das Kühlwasser während der Verbrennung von 10 Liter Gas in einen gewogenen Behälter fließen und bestimmt die Menge durch Wägung. Während der Zeit wird das Kondenswasser von 60 Liter Gas in einem Messzylinder gesammelt. Weiterhin wird die Temperatur und der Druck im Gasmesser und der äussere Barometerstand abgelesen.

Berechnung:

Aus den je 10 Temperaturablesungen t_e und t_a (Wassereintritt und Wasseraustritt) wird das Mittel gezogen, bei ungleich anzeigenden Thermometern eine entsprechende Korrektur angebracht und der Temperaturunterschied festgestellt.

Daraus ergibt sich der rohe obere Heizwert

$$rH_o = \frac{K \times (t_a - t_e)}{10} \text{ kcal/m}^3.$$

K = Kühlwassermenge in Grammen (10 Ltr. verbranntes Gas)

Um den rohen unteren Heizwert rH_u zu ermitteln, muss die bei der Kondensation des Wasserdampfes freigewordene Wärme abgezogen werden; das sind unter Berücksichtigung der Abkühlung auf Raumtemperatur rund 620 kcal/kg.

$$rH_u = \frac{K \times (t_a - t_e)}{10} - \frac{k \times 620}{60}$$

k = Kondenswasser in Grammen (60 Ltr. verbranntes Gas).

Durch Division der rohen Heizwerte durch den errechneten oder durch Multiplikation des aus der Tabelle entnommenen Reduktionsfaktors F werden die auf Normalkubikmeter bezogenen reduzierten Heizwerte erhalten.

$$H = \frac{rH}{F}$$

$$F = \frac{273 (B_o + p - w)}{760 (273 + t)}$$

B_o = reduzierter Barometerstand
 p = Gasüberdruck im Gasmesser
 w = Wasserdampfspannung bei t_o
 t = Raumtemperatur

f) Bestimmung der Dichte.

Die hauptsächlich angewandte Bestimmungsmethode ist die nach Dumas durch Wägung.

Weniger gebräuchlich ist die magnetische Gaswaage nach Stock; meist genügt die Dichteberechnung aus der Analyse. Die Probenahme erfolgt in der Weise, dass man das zu untersuchende Gas in einen 10-Liter-Gasometer füllt (2 Niveauflaschen mit Tabus), der ein Glycerin-Wasser-Gemisch (1:1) als Sperrflüssigkeit enthält. Nach erfolgtem Temperaturnausgleich wird in der folgenden Weise ohne Trocknung der Gase die Dichte ermittelt.

Bei einer vorhergehenden Trocknung können grössere Fehler durch teilweise Absorption von Kohlenwasserstoffen entstehen.

aa) Berechnung aus der Analyse.

Da die Dichte eines Gasgemisches gleich der Summe der Teildichten ist und die Dichten der reinen Gase bekannt sind, lässt sich die Dichte aus der Analyse errechnen.

Die Werte der Teildichten werden besonderen Tabellen entnommen und die Summe durch Hundert geteilt.

Dichten einiger reiner Gase.

Gasart	Gasdichte (0°, 760 mm)	Normal-Litergewicht
CO ₂	1,529	1,986 g/l
C _n H _m	1,280	1,663 g/l
C ₃ H ₆	1,451	1,884 g/l
C ₂ H ₄ , CO, H ₂	0,967	1,257 g/l
O ₂	1,105	1,435 g/l
H ₂	0,0695	0,0902 g/l
CH ₄	0,5545	0,720 g/l
C ₂ H ₆	1,037	1,346 g/l

bb) Nach Dumas.

Ein etwa 200-300 ccm fassendes Glaskolbchen (Abbildung 19) wird mittels einer Ölpumpe (unter 0,1 mm) evakuiert und dann gewogen. Hierauf lässt man Luft einströmen und wägt wieder. Man evakuiert man das Gefäß abermals und lässt das zu untersuchende Gas durchströmen und stellt das Gewicht fest.

Das Einströmen von Gas hat so zu geschehen, dass Gase, die schwerer sind als Luft, durch das auf den Boden reichende Rohr, leichtere Gase dagegen durch das andere Rohr eingeleitet werden.

Die eben beschriebenen Operationen werden so lange wiederholt, bis konstante Werte erhalten werden.

Bemerkungen:

Fehler, die z.B. durch das Wägen feuchter Luft bzw. feuchten Gases entstehen, können vernachlässigt werden. Da Druck und Temperatur während der Bestimmung konstant bleiben, braucht man sie nicht zu berücksichtigen. Steht zur Evakuierung keine Ölpumpe zur Verfügung, so kann man auch durch 2 Wägungen bei verschiedenen Drucken das Gewicht des luftleeren Kolbens ermitteln. Man wägt z.B. bei Atmosphärendruck und bei dem erreichbar niedrigsten Druck. Aus der Gewichts- und Druckdifferenz, die einander proportional sind, berechnet man das dem Atmosphärendruck entsprechende Gewicht Luft.

Berechnung:

$$\text{Gasdichte} = \frac{\text{Gasgewicht}}{\text{Luftgewicht}}$$

$$\text{Litergewicht} = \frac{\text{Gasgewicht}}{\text{Luftgewicht}} \times 1,293 \text{ g/Liter.}$$

$$\text{Litergewicht der Luft} = 1,293$$

cc) Nach Bunsen-Schilling.Prinzip:

Messung der Ausströmzeiten der Luft und des Gases.

Apparatur:

Der Apparat besteht aus einem grossen, mit Sperrflüssigkeit gefüllten, zylindrischen Gefäss, in das ein 2. Zylinder umgekehrt hineingetaucht ist. Der Kopf des letzteren ist mit einem Metall-T-Stück versehen, das in dem oberen Ansatz eine Düse trägt, die aus einem feindurchbohrten Platinblech besteht. Ferner besitzt der inner Zylinder im Inneren 2 als Ausflussmarken dienende Metallspitzen.

Ausführung:

Nach Drehen des Dreiweghahnes wird die Verbindung mit dem zu untersuchenden Gas hergestellt und das innere Glasgefäss so weit gehoben, dass es sich ganz mit Gas füllt. Nach Umschalten des Dreiweghahnes auf die Düse senkt man den Zylinder wieder, wobei sich der Flüssigkeitsspiegel allmählich hebt. Mit einer Stoppuhr ermittelt man die Zeit, die der Meniskus der Sperrflüssigkeit zum Durchfliessen der beiden Markierungen benötigte.

Alle Messungen müssen 5-6mal wiederholt und die Dichte aus dem Mittelwert errechnet werden.

Bemerkung:

Vor den Messungen muss die Sperrflüssigkeit Raumtemperatur haben und mit dem zu untersuchenden Gas gesättigt sein. Vor dem Messen der Ausflusszeit des zu untersuchenden Gases muss die Ausströmzeit der Luft ermittelt werden. Es ist darauf zu achten, dass sich der Stand der Sperrflüssigkeit während einer Bestimmung nicht ändert.

Berechnung:

$$d_x = \frac{t_x^2}{t_L^2} \times d_L$$

$$s = \frac{d_x}{d_L} = \frac{t_x^2}{t_L^2}$$

- t_x = Ausflusszeit für das zu untersuchende Gas
 t_L = Ausflusszeit für Luft
 d_L = mittlere Litergewicht der Luft
 d_x = mittlere Litergewicht des zu untersuchenden Gases
 s = gesuchtes spez. Gewicht.

ce) Verfahren nach A. Stock und G. Ritter
(Ztschr. phys. Chem. 119, 333; 1926).

Prinzip:

Es wird der Auftrieb von Gasen benutzt, um die Dichte des zu untersuchenden Gases zu bestimmen.

Apparatur:

Der Waagebalken der Gaswaage, in den ein kleiner Magnet eingeschmolzen ist, trägt an einem Ende einen Quarzhohlkugel, die durch die Wirkung des umgebenden Gases einen Auftrieb erfährt, und am anderen Ende eine 2. Quarzkugel, die als Gegengewicht dient. Die Waage befindet sich in einem gläsernen Gehäuse, das mit einer Schliffklappe verschlossen ist, besitzt eingeschlifene Zuführung zur Einleitung von Gasen und taucht in ein gläsernes Wasserbad. Unterhalb des Wassergefäßes trägt die Grundplatte einen eisenlosen Elektromagneten zur magnetischen Beeinflussung der Waage. An dem Stativ befindet sich noch zur Berichtigung der Waagnullstellung ein Hilfsmagnet mit Grob- und Feineinstellung. Zur besseren Beobachtung des Waagenzeigers ist eine Lupe angebracht.

Ausführung:

Durch Füllung des Waagengehäuses mit dem zu untersuchenden Gas wird die Waage, die im Vakuum einspielt, durch den Auftrieb der geschlossenen Glaskugel aus dem Gleichgewicht gebracht. Um den Waagenzeiger wieder auf Null zu bringen, wird durch den Elektromagneten ein Strom geeigneter Stärke geschickt, dessen Stärke an einem Milliampéremeter abgelesen werden kann.

Da man sich vorher mit einem bekannten Gas, z.B. trockener Luft, eine Eichkurve aufgestellt hat, kann man unmittelbar das spez. Gewicht eines Gases ablesen. Zur Umrechnung auf Normalverhältnisse liegen jeder Waage Nomogramme bei. Eine Bestimmung dauert etwa 2 Minuten und kann mit wenigen Kubikzentimetern Gas ausgeführt werden.

Berechnungsbeispiel:

Red. Barometerstand: 766,7 mm
Temperatur: 19°C
Gleichgewicht der Waage bei 175 Milliampère,
demnach lt. Tabelle ein unreduziertes sp. Gewicht
von 1,62

$$s_0 = \frac{760 \times s \times T}{273 \times 766,7}$$

$$s_0 = \frac{760 \times 1,62 \times 292}{273 \times 766,7} = 1,715.$$

g) Qualitative Prüfung auf Harzbildner.

Man leitet durch ein ausgezogenes Glasröhrchen in ein mit Formalin-Schwefelsäure beschicktes Glasgefäß (Abbildung 19) etwa 2 Minuten lang das zu prüfende Gas.

Tritt hierbei eine deutlich sichtbare Gelbfärbung auf, so sind Harzbildner im Gas enthalten.

Reagens:

1 ccm Formaldehydlösung 35 Gew.-% z. Anal. "Merck" wird in 30 ccm Schwefelsäure 1,84 (mindestens 96%) z. Anal. "Merck" vorsichtig gelöst.

h) Bestimmung von Eisenkarbonyl.

aa) Auffangen in ammoniakalischer Perhydrolösung

Man leitet 10-50 Liter des zu untersuchenden Gases durch 3 Frittenwaschflaschen, die mit einem Gemisch von 200 ccm mehrmals destilliertem Methylalkohol, 20 ccm Ammoniak (0,91) und 10 ccm Perhydrol gefüllt sind. Hierauf bringt man den Inhalt der Waschflaschen in einen Kolben, wäscht einigemal mit Salzsäure (1:4) aus, versetzt mit 100 ccm Wasser und 2 g festem Natriumchlorid und kocht etwa 5 Minuten lang. Nach längerem Stehen wird das Eisenhydroxyd abfiltriert und gut ausgewaschen. Der Niederschlag wird dann vom Filter in 10 ccm 10%iger Salzsäure gelöst und die Lösung in einem 100-ccm-Messkolben bis zur Marke verdünnt.

Die Bestimmung des Eisens erfolgt kolorimetrisch.

Zu diesem Zwecke wird ein aliquoter Teil der zu untersuchenden Eisenlösung in einem geeigneten Glaszylinder mit 1 ccm Salzsäure (1,19) und 2-3 ccm einer 10%igen Ammoniumsulfocyanidlösung versetzt und der Farbton der Lösung in einem Hellige-Komperator mit Eisensulfocyanidlösungen von bekanntem Eisengehalt verglichen.

Die Angabe des Eisenkarbonylgehaltes erfolgt in g Fe/100 Nm³.

Reagenzien:

Methanol (Methylalkohol) z. Anal. "Merck".

Ammoniaklösung 0,910 = 24° Bé (mindestens 25 %) z. Anal. "Merck".

Perhydrol z. Anal. "Merck".

Salzsäure, rauchend, 1,19 (mindestens 37 %) z. Anal. "Merck" und 1:4 verdünnt.

Natriumchlorid, kristallisiert, z. Anal. "Merck".

Salzsäure 1,124 - 1,126 (mindestens 25 %) z. Anal. "Merck", 2+3 verdünnt.

Ammoniumsulfocyanid z. Anal. "Merck" in 10%iger Lösung,

Eisenvergleichslösung:

0,898 g Eisenammoniumsulfat (Ferri) z. Anal. "Merck" und 10

ccm Salzsäure, rauchend, 1,19 z. Anal. "Merck" werden zu 1 Liter gelöst.

1 ccm dieser Lösung entspricht 0,0001 g Fe.

bb) Zersetzung durch Erhitzen.

Das zu untersuchende Gas wird durch ein im Aluminiumblockofen auf etwa 200° C erhitztes Glasrohr geleitet, wobei das Eisenkarbonyl in metallisches Eisen und Kohlenoxyd zerfällt. Das Eisen scheidet sich als Spiegel an den Wandungen des Glasrohres ab. Der Metallepiegel wird in wenig Königswasser gelöst, die überschüssige Säure größtenteils verdampft und aus der Lösung Eisenhydroxyd durch Ammoniaklösung in geringem Überschuss heiss gefällt. Die Weiterbehandlung des Niederschlages erfolgt nach dem vorhergehenden Abschnitt.

Reagenzien:

Königswasser:

3 Teile Salzsäure, rauchend, 1,19 (mindestens 37 %) z. Anal. "Merck" und 1 Teil Salpetersäure 1,40 (mindestens 65%) z. Anal. "Merck".

Siehe auch Seite 42.

i) Bestimmung des Ammoniakgehaltes

Man leitet etwa 1000-1500 Liter Gas durch eine mit 10 ccm n/10 Schwefelsäure beschickte Frittenwaschflasche mit einer Strömungsgeschwindigkeit von 2-300 Liter/h. Hierauf spült man den Flascheninhalt in ein Becherglas, färbt mit etwas Methylorange-Lösung an und titriert den Säureüberschuss mit n/10 Natronlauge zurück.

Die Angabe erfolgt in g $\text{NH}_3/100 \text{ Nm}^3$.

1 ccm n/10 Schwefelsäure = 0,001702 g NH_3 .

Reagenzien:

n/10 Schwefelsäure "Merck".

n/10 Natronlauge "Merck".

Methylorange-Lösung 0,1%ig "Merck".

k) Bestimmung des Zyans.

Das zu untersuchende, kohlenstofffreie Gas wird mit einer Geschwindigkeit von etwa 60 Liter/h. durch ein Zehnkugellohr geleitet, das mit 10 ccm einer frisch hergestellten Ferrosulfatlösung, 20 ccm Natronlauge und 30 ccm Wasser beschickt wurde. Nach dem Durchgang von mindestens 100 Liter Gas wird der Inhalt des Zehnkugellohres in ein Becherglas gespült, die Flüssigkeit darin aufgeköcht und nach dem Absetzen fil-

triert. Der Filterrückstand wird je nach dem Zyanengehalt des Gases 1-2mal mit 10 ccm Natronlauge und etwas Wasser 5 Minuten aufgeköcht. Das Hauptfiltrat, sowie die Filtrate der alkalischen Auszüge werden in einem 1-Liter-Kolben vereinigt und mit Schwefelsäure neutralisiert. Dann versetzt man die Lösung mit 5 ccm Natronlauge und 75 ccm Magnesiumchloridlösung und kocht 15 Minuten lang. Zu der noch heißen Flüssigkeit gibt man 35 ccm Quecksilberchloridlösung, versieht den Kolben mit einem Tropftrichter und verbindet ihn mit einer Destilliervorrichtung. Zu der siedenden Lösung lässt man allmählich etwa 30 ccm Schwefelsäure zutropfen, wodurch die Blausäure in Freiheit gesetzt wird. Das Kondensat fängt man in 5 ccm Natronlauge auf, die man mit 20 ccm Wasser verdünnt hat. Nachdem 100-150 ccm überdestilliert sind, bricht man die Destillation ab, versetzt das Destillat mit 5 ccm Kaliumjodidlösung und titriert langsam mit n/10 Silbernitratlösung bis zum Auftreten eines bleibenden Niederschlages, der beim Schütteln eine gelbliche Opaleszenz hervorruft.

1 ccm n/10 Silbernitratlösung = 0,0027 g HCN.

Die Berechnung erfolgt auf g/100 mm³.

Reagenzien:

Natronlauge rein, stickstofffrei 1,35 (mindestens 32%) z. Anal. "Merck".

Schwefelsäure 1,84 (mindestens 96%) z. Anal. "Merck", 392 g auf 1 Liter.

Magnesiumchlorid z. Anal. "Merck", 815 g auf 1 Liter

Eisensulfat (Ferro) z. Anal. "Merck", 2,78 g auf 10 ccm.

Quecksilberchlorid (Merkuri) z. Anal. "Merck", 271 g auf 1 Liter.

Kaliumjodid z. Anal. "Merck" in 40 %iger Lösung.

n/10 Silbernitratlösung "Merck".

1) Bestimmung des Acetylens.

Man füllt die unten angegebene Lösung in ein Zehnkugellohr und leitet das zu untersuchende Gas hindurch. Sobald sich eine genügende Menge des rotbraunen Acetylenkupfers abgeschieden hat, bringt man den Niederschlag auf ein Filter, wäscht ihn mit 2%iger Hydroxylaminhydrochloridlösung aus und verascht sehr vorsichtig den Rückstand (Acetylenkupfer ist sehr explosiv!!).

Auswaage = CuO.

Reagens:

2 g Kupferchlorür z. Anal. oder Kupferniträt, reinst "Merck" werden unter sorgfältigem Ausschluss von Sauerstoff mit 8 ccm Ammoniaklösung 0,910 = 24° Bé (mindestens 25%) z. Anal. "Merck" behandelt und zuletzt 6 g Hydroxylaminhydrochlorid z. Anal. "Merck" zugegeben.

Bei sorgfältiger Bereitung muss die fertige Lösung wasserhell sein.

2. Kontaktuntersuchung.

a) Frischkontakt.

aa) Aktivitätsprüfung.

Apparatur:

Die Anordnung ist folgende:
Ein Aktivkohle- und Wattefilter, anschliessend ein Strömungsmesser, der mit einer Schalteinrichtung verbunden und mit Glycerin-Wasser als Sperrflüssigkeit (mit Bromphenolblau gefärbt) gefüllt ist. Die Einstellung der Strömungsgeschwindigkeit auf 4 Liter/h. = 66-67 ccm/min. erfolgt durch Nadelventile, die oberhalb des Messers angeordnet sind. Man folgen 4 Kontaktrohre, die in einem elektrisch- oder gasbeheizten Aluminiumblockofen liegen, dessen Temperatur mittels eines Temperaturreglers nach Haag auf $-0,5^{\circ}\text{C}$ gehalten werden kann.
Das ein- und austretende Gas wird in einem Laboratoriums-Gasometer, der mit der Messleitung des Strömungsmessers verbunden ist, gemessen (Abbildung 20).

Ausführung:

Man füllt eine 4 g Kobalt entsprechende Menge des zu untersuchenden Kontaktes unter CO_2 -Durchleiten in ein mit einer Kupferspirale versehenes, 80 ccm langes Kontaktrohr. Hierauf legt man das verschlossene Kontaktrohr in den auf 185°C geheizten Aluminiumblockofen, entfernt die Stopfen von den Enden des Rohres und verbindet schnell den vom Strömungsmesser kommenden Schlauch mit dem Rohr. Sobald die Vorlage und die Abgasleitung angeschlossen sind, notiert man das Datum und die Uhrzeit als Beginn der Messung, überprüft die Strömungsgeschwindigkeit mit dem Gasometer und lässt die Operation 24 Stunden lang laufen. Hiernach wird die Volumenkontraktion festgestellt, das in der Vorlage gesammelte Cl und Wasser gemessen und die Ausbeute in ccm/Nm^3 berechnet.

Berechnung:

$$\frac{a}{b} = \% \text{ Kontraktion}$$

a = Volumen in Kubikzentimetern vor der Prüfung
b = Volumen in Kubikzentimetern am Ende der Prüfung.

24 x Strömungsgeschwindigkeit = Liter durchgesetztes Gas.

$$\frac{\text{ccm Öl} \times 1000}{\text{Liter durchgesetztes Gas}} = \text{ccm Öl/m}^2$$

Liter durchgesetztes Gas

$$\frac{\text{ccm Wasser} \times 1000}{\text{Liter durchgesetztes Gas}} = \text{ccm Wasser/m}^3$$

Liter durchgesetztes Gas

Nach weiteren 2 Tagen wiederholt man die Messungen und dann fortlaufend alle 2-3 Tage; alle Woche führt man eine Benzinbestimmung über 48 Stunden durch.

Die so erhaltenen Werte vergleicht man mit den Ergebnissen eines Normalkontaktes.

bb) Bestimmung des Reduktionswertes.

Prinzip:

Das reduzierte Metall wird in verdünnter Säure gelöst und der hierbei entwickelte Wasserstoff gemessen. Aus dem erhaltenen Volumen reinen Wasserstoffs und der ermittelten Menge Kobalt ergibt sich der Reduktionswert.

Apparatur:

300 ccm fassender, sogenannter Reduktionskolben, der mit einem Tropftrichter versehen ist, ein mit 30 %iger Kalilauge gefüllter Gasometer (2 Tubusflaschen) und ein Kühler, der zwischen Gasometer und Reduktionskolben geschaltet ist.

Ausführung:

Man leitet einige Zeit einen Kohlendioxidstrom durch die Apparatur und füllt dann durch den Stutzen etwa 50 ccm des reduzierten Kontaktes (etwa 4 g Co entsprechend) in den Kolben. Hiernach schliesst man den Quetschhahn des Einfüllstutzens und die Kohlendioxidzuleitung, öffnet den Hahn zum Gasometer und lässt aus dem Tropftrichter langsam Schwefelsäure (1+4) in den Kolben fließen. Ist die Haupteinwirkung vorbei, leitet man einen langsamen Kohlendioxidstrom ein, um den Wasserstoff restlos in den Gasometer zu treiben und vollendet die Auflösung des Kobalts durch Erhitzen des Kolbeninhalts zum Sieden. Nach etwa 10 Minuten ist vollständige Lösung des Metalls eingetreten. Nachdem man den Gasometer geschlossen und den Kohlendioxidstrom abgestellt hat, saugt man den Kolbeninhalt auf einer Nutsche ab, wäscht den Rückstand mit heissem Wasser aus und trocknet ihn. Es genügt bei weniger genauen Bestimmungen aus der Kieselmenge, die ja zum Kobalt in einem bestimmten Verhältnis steht, die ursprünglich vorhandene Menge Kobalt zu errechnen.

Bei genauen Bestimmungen wird im Filtrat des Kieselgurrückstandes der Kobaltgehalt kolorimetrisch ermittelt.

Das Volumen des entwickelten Gases, das zum grössten Teil Wasserstoff enthält, bestimmt man, indem man die Laugenmenge, die bei Niveaugleichheit in das Niveaugefäss getreten ist, misst. Der Gehalt des aufgefangenen Gases an Wasserstoff wird durch Elementaranalyse festgestellt.

Berechnung:

1 g Co entwickelt 380 Ncm³ Wasserstoff

$$V_k = a \times 380$$

V_k = theoretisch zu erwartende Wasserstoffmenge in Ncm³

a = Kobalt in Gramm in der angewandten Kontaktmasse

$$V_o = \frac{V (B_o - w) \times 273}{760 (273 + t)} = \text{Ncm}^3$$

V_o = reduzierte Gasmenge Ncm³

V = entwickelte Gasmenge

B_o = reduzierter Barometerstand

w = Wasserdampfspannung bei t°

t = Temperatur

$$V_h = \frac{V_o \times b}{100} = \text{Ncm}^3$$

V_h = entwickelter reiner Wasserstoff

b = Wasserstoffgehalt in % des entwickelten Gases

$$\text{Reduktionswert} = \frac{V_h \times 100}{V_k} \%$$

cc) Bestimmung des Kobaltgehaltes.

Eine etwa 0,3 g Co entsprechende Menge der zu untersuchenden Kobaltnitratlösung wird in einem kleinen Becherglas mit Schwefelsäure (1,84) abgeraucht. Nach dem Erkalten verdünnt man mit Wasser, versetzt die Lösung mit 10 g Ammoniumsulfat und 30-35 ccm Ammoniak (0,91) und elektrolysiert bei gewöhnlicher Temperatur anfangs mit einer Stromstärke von 0,5 - 1,0 Ampère, später mit 2,5 - 3,0. Nach etwa 2 Stunden ist die Abscheidung des Kobalts vollst. ndig, während Eisen- und Thoriumhydroxyd in der Lösung herumschwimmen. Von der Vollständigkeit der Elektrolyse überzeugt man sich durch eine Prüfung des klaren Elektrolysates mit Ammoniumsulfid.

Die Netzelektrode wird nun mit frischem Wasser abgospült, dann in Alkohol getaucht und getrocknet.

Auswaage: Co.

Reagenzien:

Schwefelsäure 1,84 (mindestens 96%) z. Anal. "Merck".
 Ammoniumsulfat z. Anal. "Merck".
 Ammoniaklösung 0,910 = 24° Bé (mindestens 25%) z. Anal. "Merck".
 Äthylalkohol, absoluter, z. Anal. "Merck".
 Ammoniumsulfidlösung z. Anal. "Merck".

Zur vollständigen Analyse eines Kobalt-Thorium-Kontaktes löst man die zu untersuchende Probe in Salpetersäure (1,4) oder in Schwefelsäure (1+1), nützt den Rückstand ab, wäscht ihn gut aus und trocknet ihn bis zur Gewichtskonstanz.

Aus dem Filtrat wird in der vorher beschriebenen Weise das Kobalt elektrolytisch abgeschieden, der voluminöse Eisen- und Thoriumhydroxydniederschlag abfiltriert, gut ausgewaschen, nass verascht und bis zur Gewichtskonstanz gegläht.

Auswaage: $\text{Fe}_2\text{O}_3 + \text{ThO}_2$.

Die Oxide werden in einem Platiniegel mit der 4-6fachen Menge Kaliumbisulfat aufgeschlossen. Der erkaltete Schmelzkuchen wird in Wasser und Schwefelsäure (1+4) aufgenommen, das dreiwertige Eisen mit Zinkmetall reduziert, und dann mit n/10 Kaliumpermanganatlösung bis zur Rosafärbung titriert.

1 ccm n/10 Kaliumpermanganatlösung = 0,005585 g Fe.
 = 0,007985 g Fe_2O_3

Berechnung:

Verbr. ccm n/10 KMnO_4 -Lsg. x 0,007985 = g Fe_2O_3 .

Auswaage - g Fe_2O_3 = g ThO_2 .

Reagenzien:

Salpetersäure 1,40 (mindestens 65%) z. Anal. "Merck".
 Schwefelsäure 1,84 (mindestens 96%) z. Anal. "Merck", 1+1 und 1+4 verdünnt.
 Kaliumbisulfat z. Anal. "Merck".
 Zink reinst, granuliert, z. Anal. "Merck".
 n/10 Kaliumpermanganatlösung "Merck".
 Siehe auch Seite 48.

dd) Bestimmung des Schüttgewichtes.

Die Bestimmung ist den grosstechnischen Verhältnissen angepasst. Man hat ein Modell eines grossen Syntheseeofens, das entweder als Lamelle oder als Hohlzylinder ausgebildet ist.

Der Hohlzylinder hat folgende Ausmasse:

Äusserer Durchmesser des inneren Zylinders	24 mm
Innerer Durchmesser des äusseren Zylinders	44 mm
Höhe des Zylinders	284 mm
Inhalt (V)	300 ccm

In dieses Gefäss schüttet man unter Durchleiten von Kohlendioxyd den zu untersuchenden Kontakt und stellt das Gewicht (G) fest. Das lockere Schüttgewicht S_1 ist dann

$$S_1 = \frac{G}{V}$$

b) Erschöpfter Kontakt.aa) Bestimmung des Paraffin Gehaltes.α) Durch Extraktion mit Benzol.

Etwa 20 g der zu untersuchenden Probe werden unter Überleiten von Kohlendioxyd in eine Extraktionshülse eingewogen. Man bringt diese in einen Extraktionsapparat nach Peters (Abbildung 21), dessen Kolben man vorher gewogen und mit Benzol gefüllt hat. Hierauf lässt man die Extraktion 8-10 Stunden laufen, destilliert dann das Benzol ab und trocknet den Kolbenrückstand bis zur Gewichtskonstanz.

Kolbenrückstand = Paraffin.

Zur Kontrolle wird die Extraktionshülse zunächst im Vakuum mehrere Stunden bei 100° getrocknet. Man lässt im Kohlendioxydstrom erkalten und wägt zum Schluss ebenfalls unter CO₂. Hülserückstand = extrahierter Kontakt.

Bemerkung:

Fall der Kobaltgehalt nicht bekannt, so behandelt man den ausgezogenen Kontakt mit Schwefelsäure (1+4) und bestimmt in der Lösung den Co-Gehalt kolorimetrisch. Wird der Kontakt noch weiter gebraucht, so kann man erfahrungsgemäss für 11,5 reduzierten, extrahierten Kontakt 4 g Co rechnen.

Berechnung:

$$\frac{\text{Paraffin} \times 100}{\text{Kobalt}} = \% \text{ Paraffin/Kobalt.}$$

Reagenzien:

Benzol, kristallisierbar, z. Anal. "Merck".
Schwefelsäure 1,84 (mindestens 96%) z. Anal. "Merck", 1+4
verdünnt.

B) Durch Abtreiben in einem Stickstoff-Wasserstoffstrom.

Man füllt etwa 50 ccm des zu untersuchenden Kontaktes in ein Supremax-Kontaktröhr und leitet Kohlendioxyd durch das Röhr. Dann verschliesst man das Röhr beiderseits und wägt es auf einer empfindlichen Waage. Hierauf wird das Röhr unter Durchleiten eines Stickstoff-Wasserstoffstroms (10 Liter/h) in einem Aluminiumblockofen etwa 10 Stunden lang auf 200° C erhitzt, wodurch das Paraffin verflüchtigt wird. Man lässt das Röhr abkühlen, leitet dann Kohlendioxyd durch und wägt das verschlossene Röhr.

Gewichtsverlust = Paraffin.

Zur Bestimmung des Kobalts verfährt man nach dem vorhergehenden Abschnitt. Durch Zurückwägen des leeren Röhrchens erfährt man das Gewicht der Linwaage (paraffinierter Kontakt) und das ~~mit~~ des entparaffinierten Kontaktes.

Berechnung:

Siehe Seite 49.

Reagenzien:

Siehe Seite 50.

bb) Bestimmung des Sulfidschwefels.Apparatur:

Siehe Seite 326.

Ausführung:

Die Analyse wird sinngemäss nach den Angaben auf Seite 326 ausgeführt. Man verwendet zur Zersetzung des Sulfids Salzsäure (1:1) und fängt zur Sicherheit den entwickelten Schwefelwasserstoff in ammoniakalischer Kadmiumazetatlösung auf.

Die Ermittlung des Kobaltgehaltes des Kontaktes erfolgt entweder durch Feststellung des Gewichtes der Kieselgur (vergl. Seite 46) oder durch kolorimetrische Bestimmung im Filtrat der Kieselgur.

Berechnung:

Siehe Seite 326.

Reagenzien:

Salzsäure rauchend, 1,19 (mindestens 37%) z. Anal. "Merck", 1:1 verdünnt.

Siehe auch Seite 20.

bb) Bestimmung des Gesamtschwefels.

Von der zu untersuchenden Probe wird 1 g in einem Schwefelaufschlussköbchen mit einem Gemisch von Bromwasser und Salzsäure (1,19) (1:1) so behandelt, dass man zunächst einen kleinen Teil des Gemisches bei Wasserbadtemperatur einwirken lässt. Erst wenn die Haupteinwirkung vorbei ist, wird der Rest des Gemisches zugegeben und über freier Flamme einige Zeit lang erhitzt. Hierauf dampft man den Kolbeninhalt auf dem Wasserbade auf ein kleines Volumen ein, verdünnt mit heissem Wasser, filtriert die Kieselgur ab und wäscht sie mit heissem Wasser gut aus. Das Gesamtfiltrat wird dann zum Sieden erhitzt und mit einer 10-20%igen Natriumkarbonatlösung Kobalt und Thorium gefällt. Der Niederschlag wird nach einiger Zeit abfiltriert, gut mit Wasser ausgewaschen und das Filtrat auf etwa 200 ccm eingedampft. Die Weiterbehandlung der Lösung zur Sulfatbestimmung erfolgt nach den Angaben der Seite 3.

Da der Schwefelgehalt auf Kobalt bezogen wird, ermittelt man den Kobaltgehalt in der auf Seite 46 angegebenen Weise.

Berechnung:

Gesamtschwefelgehalt

= g S/g Co.

Kobaltgehalt

Reagenzien:

Salzsäure, rauchend 1,19 (mindestens 37%) z. Anal. "Merck"
und Bromwasser z. Anal. "Merck", 1:1 gemischt.
Natriumkarbonat, kristallisiert, z. Anal. "Merck" in
10-20%iger Lösung.
Siehe auch Seite 3.

VI. Kondensation.1. Bestimmung des Siedeverhaltens.a) Siedeverhalten von Produkten im Benzinsiedebereich.Apparatur:

Dieselbe ist aus Abbildung 22 ersichtlich. Abweichend von der ASTM-Methode ist nur die Verwendung eines Schutzmantels anstatt des ASTM-Ofens und die Verwendung eines Englerthermometers, das bis 360°C geht und in einzelne Grade eingeteilt ist.

Ausführung:

ASTM-Methode D 86/35 und D. Holde, Kohlenwasserstofföle und Fette, 7. Aufl., S. 160.

100 ccm Benzin werden in einem 100-ccm-Meßzylinder mit Kubikzentimeterereinteilung abgemessen und in den Destillationskolben eingefüllt. Der gleiche Zylinder wird als Vorlage verwendet. Hierauf erhitzt man den Destillierkolben so, daß der erste Tropfen des Destillates nach nicht weniger als 5 und nicht mehr als 10 Minuten aus dem Kühlrohr ausläuft.

Sobald der erste Tropfen aus dem Kühlrohr tritt, wird der Stand des Thermometers als Siedebeginn vermerkt. Das Erhitzen des Kolbens wird dann so eingestellt, daß nicht weniger als 4 und nicht mehr als 5 ccm/min. = 2 Tropfen/Sek. übergehen.

Man notiert nun sowohl die je 10^o übergegangene Menge, als auch die Temperaturen, bei denen 5, 15, 25 usw. bis 95 ccm überdestilliert sind. Wenn nur noch 5 ccm im Destillier-

kolben enthalten sind, soll in der Beheizung nichts mehr geändert werden, sofern die zum Überdestillieren der letzten 5 ccm und zur Erreichung des Endsiedepunktes erforderliche Zeit 5 Minuten nicht überschreitet.

Der Endsiedepunkt ist die am Thermometer abgelesene Höchsttemperatur, die gewöhnlich erst erreicht wird, nachdem der Boden des Kolbens trocken geworden ist.

Nach Beendigung der Destillation wird der Kolben abgekühlt und der Rücklauf mit dem Destillat vereinigt und beigemessen. Die Differenz zwischen Destillat und Rückstand gegenüber 100 ist der Sieverlust.

Berechnung:

Die Temperaturen, bei denen 5, 15, 25 usw. ccm überdestilliert sind, werden zur Berechnung der Siedekennziffer KZ herangezogen. Dazu werden die 10 Temperaturen addiert und die Summe durch 10 dividiert.

Bemerkung:

Bei den Primärprodukten der Benzinsynthese liegt die KZ der A.K.-Benzine, je nach dem Siedeende, im allgemeinen zwischen 70 und 90, die der Benzine mit einem Siedeende von 200°C zwischen 110 und 120.

Bei der Destillation von Benzinen mit hohem Gasolgehalt beträgt der Siedeverlust meist mehr als 5%, so daß 95 ccm Destillat nicht erreicht werden. In diesem Falle kann die KZ nicht berechnet werden.

b) Siedeverhalten für Kondensatöl, Dieselöl usw.

Das Siedeverhalten der meisten über 200 - 320° siedenden Primärprodukte wird in grundsätzlich gleicher Weise bestimmt wie bei den Benzinen. Es wird lediglich anstelle des eisgekühlten Bades ein gewöhnlicher Luftkühler benutzt, der aus einem Glasrohr (60 cm lang, 12 mm lichte Weite) besteht.

Berechnung:

Die KZ wird in gleicher Weise berechnet wie bei den Benzinen. Sie liegt für Primärdieselöl etwa in der Größenordnung 240-250.

c) Siedeverhalten fester Produkte.

Bei raumtemperaturfesten Stoffen kann die Destillation nur dann durchgeführt werden, wenn noch Anteile vorhanden sind, die unter 320°C sieden, da die festen Paraffine bei einer Temperatur von 320°C schon anfangen, sich zu zersetzen. Bei vollkommen festen Stoffen führt man am besten eine Gewichtsanalyse durch.

Zur Bestimmung der unter 320°C siedenden Anteile von Ofenparaffin der Drucksynthese oder des Fraktionsrückstandes des Kondensatöles wird bei höheren Temperaturen eine 100 ccm bei Raumtemperatur entsprechende Menge eingefüllt; beispielsweise bei 100°C 110 ccm.

Bemerkung:

Bei der Destillation des Gesamtproduktes wird man zweckmäßigweise zunächst mit dem STM-Kühler und Eisbeschickung arbeiten und dann von 200°C an ohne Unterbrechung der Analyse das Eiswasser entfernen und den Messingkühler als Luftkühler betreiben.

2. Bestimmung des spezifischen Gewichtes.

a) Flüssige Produkte.

Die Bestimmung des spezifischen Gewichtes flüssiger Produkte wird nach DIN DVM3652 ausgeführt.

Für Betriebsuntersuchungen bedient man sich des Aräometers, bei genaueren Messungen der Mohr-Westphalschen Waage. Bei Untersuchungen, wo es auf größte Genauigkeit ankommt, arbeitet man mit amtlich geeichten Pyknometern.

aa) Bestimmung mit dem Aräometer.

Man füllt das zu untersuchende Produkt in einen Glaszylinder und taucht die in dem Bereich passende Spindel hinein. Nach Erreichung konstanter Temperatur wird bei hellen Flüssigkeiten von unten her die freischwebende Spindel an der Flüssigkeitsoberfläche abgelesen, während man bei dunklen Flüssigkeiten von oben den oberen Wulstrand abliest und soviel Skalenteile addiert, als 1 mm der Skala der betreffenden Spindel ausmacht.

bb) Bestimmung mit der Mohr-Westphalschen Waage.

Man hängt den Senkkörper an den Waagebalken und stellt mit Hilfe der Stellschraube die Waage so ein, daß sie sich in der Luft schwebend im Gleichgewicht befindet. Hierauf füllt man das auf die Eichtemperatur der Waage gebrachte Produkt in den Glaszylinder ein und hängt so viele Gewichte an den Waagebalken, bis sich Gleichgewicht eingestellt hat. Dabei soll der Verbindungsdraht zwischen Senkkörper und Waagebalken in der Gleichgewichtslage zur Hälfte in die zu untersuchende Flüssigkeit eintauchen. Das spezifische Gewicht wird direkt abgelesen.

cc) Bestimmung mit dem Pyknometer.

Das gut getrocknete Pyknometer wird leer, mit Wasser und mit der zu untersuchenden Flüssigkeit gewogen. Unter Berücksichtigung von Temperatur und Ausdehnungskoeffizient von Wasser und Flüssigkeit kann das spezifische Gewicht berechnet werden.

Bemerkung:

Im allgemeinen wird das spezifische Gewicht bei 15 oder 20° angegeben. Zum Umrechnung von einer Temperatur auf die andere sind folgende Faktoren anzuwenden:

Benzin	0,0008/Grad
Kondensatöl	0,00075/Grad
Dieselöl	0,00065/Grad

b) Feste Produkte.

Man verwendet zur Bestimmung ein Gefäß, das aus Abbildung 23 zu ersehen ist.

Aus dem Probestück (festes Paraffin) wird ein Würfel geschnitten, der keine Gaseinschlüsse enthalten darf und an der Oberfläche glatt sein muß. Dann füllt man in das Glasgefäß Wasser, verschließt es, kehrt es um und liest an der Skala die Kubikzentimeter ab, die dem freien Raum entsprechen. Hierauf bringt man das gewogene Probestück in das Gefäß, dreht es wieder um und liest den neuen Stand ab. Die Differenz der beiden Ablesungen gibt das Volumen des Probestücks an, woraus man das spezifische Gewicht berechnen kann.

$$\text{spez. Gew.} = \frac{\text{Gewicht}}{\text{Volumen}}$$

Bemerkung:

Man muß darauf achten, daß die Temperatur des Paraffins und des Wassers vollkommen ausgeglichen sind, da feste Paraffine eine erhebliche Veränderung des spezifischen Gewichtes bei Temperaturänderungen zeigen.

Man kann das spezifische Gewicht von festen Paraffinen auch in flüssigen Zustand angeben. Man bedient sich hierbei sowohl des Aräometers als auch der Mohr-Westphalschen Waage. Für die Temperaturumrechnung wird der Faktor 0,0006 angewendet.

3. Neutralisations- und Verseifungszahl.

Unter Neutralisationszahl - früher Säurezahl - versteht man nach DIN DEM 3658 die Anzahl der Milligramm Kaliumhydroxyd, die die freien Säuren in 1 g des Produktes neutralisiert. Unter Verseifungszahl versteht man nach DIN DVM 3659 die Anzahl der Milligramm Kaliumhydroxyd, die erforderlich ist, um die in 1 g Substanz enthaltenen freien Säuren zu neutralisieren und etwa vorhandene Ester und Laktone zu verseifen.

a) Neutralisationszahl.

50 ccm oder eine entsprechend andere Menge der zu untersuchenden Substanz werden in einem Erlenmeyerkolben 300 DEMOG 11 unter Rückfluß 15 Minuten lang zum Sieden erhitzt, um die gelöste Kohlensäure zu vertreiben. Hierauf versetzt man mit 20 ccm Alkaliblaufösung, schwenkt um und titriert möglichst rasch mit n/10 alkoholischer Kalilauge bis zum Farbumschlag nach Rot (a ccm).

In einer Blindprobe titriert man 20 ccm des Indikators mit n/10 alkoholischer Kalilauge (b ccm).

Berechnung:

Ist die angewandte Menge c g, dann ist die Neutralisationszahl

$$(a - b) \times 5,611$$

$$\frac{\quad}{c \text{ mg KOH/g}}$$

Reagenzien:

n/10 alkoholische Kalilauge "Merck".

Indikatorlösung:

0,75 g Alkaliblan 6 B "Merck" werden in 1 Liter Reibenzol und 500 ccm Alkohol 96 Volumprozent gelöst. Man läßt die Lösung über Nacht absetzen und filtriert sie dann klar.

4. Bestimmung des Gehaltes an Paraffinnebel im Endgas.

Man bedient sich zur Bestimmung des aus Abbildung 24 ersichtlichen Gerätes.

Das Röhrchen ist mit 7 g ausgeätherter, getrockneter Watte gefüllt, diese auf 10 cm Schichtlänge verteilt und das Gerät an das Entnahmerohr der Gasleitung angeschlossen.

Mit einer Strömungsgeschwindigkeit von 350-400 Ltr./h werden rund 5000 Ltr. Gas durchgeleitet (etwa 12 Stunden). Hierauf wird die beladene Watte etwa 3 Stunden lang in einem Soxhlet-apparat mit Äther ausgezogen, Den Auszug läßt man dann in einer offenen Schale so lange stehen, bis der Äther freiwillig verdunstet ist. Der Rückstand wird dann bei 105° C 1/2 Stunde getrocknet und nach dem Erkalten gewogen.

Zu diesem Rückstand addiert sich noch evtl. im Entnahmerohr oder der Vorlage abgeschiedenes Öl.

Die Gehaltsangabe erfolgt in g/100 Nm³ Gas.

Bemerkung:

In der 2. Stufe wird vor das Röhrchen noch eine Vorlage zur Abscheidung mitgerissener Öltröpfchen geschaltet.

Reagens:

Athyläther 0,720 ² pro Anal. "Merck".

VII. Adsorption durch Aktivkohle.

1. Gasuntersuchung.

a) Analyse des Restgases.

aa) Probenahme.

Dieselbe erfolgt nach den auf Seite 16 gemachten Angaben.

bb) Gasanalyse.

Für die Ausführung ist die auf Seite 16 gegebene Vorschrift massgebend.

b) Benzin- und Gasolbestimmung im End- und Restgas.

aa) Benzinbestimmung.

Apparatur:

Dieselbe ist aus Abbildung 25 ersichtlich.
Es sind folgende Aktivkohlerohre gebräuchlich:

Durchmesser mm	Länge mm	Liter A. Kohle	Gramm	ausreichend für Liter Endgas gleich ccm Benzin
20	700	0,22	80-90	100-150 Ltr. = max. 25 ccm
40	700	0,90	350	500-750 " = " 100 ccm

Ausführung:

Man schliesst ein mit A-Kohle (Lurgi) gefülltes AK-Rohr an die Entnahmestelle des zu untersuchenden Gases an und leitet die oben angegebene Gasmenge bei grossen Rohren mit einer Strömungsgeschwindigkeit von höchstens 10 Ltr./h und bei kleinen Rohren mit höchstens 10 Ltr./h durch. Hierauf verbindet man das Eintrittsende des Rohres mit einer Vorlage, die an eine Wasserstrahlpumpe angeschlossen ist, taucht die Vorlage in flüssige Luft, die sich in einem Isoliergefäss nach Heyland befindet, öffnet die Mähne des AK-Rohres, lässt einen mässigen Stickstoff-Wasserstoffstrom durch das Rohr streichen und erhitzt es langsam.

Die Abblasezeit für grosse Rohre beträgt 45 Minuten, für kleine 20-30 Minuten; während der letzten 15 Minuten muss bei jeder Bestimmung die Temperatur des Rohres auf 300°C gesteigert

werden. Nach beendigtem Abblasen und Auftauen des Inhalts der Vorlage wird die Benzinmenge ermittelt.

Es ist besonders darauf zu achten, dass

1. die Vorlage wie in der Abbildung und nicht anders herum angeschlossen wird,
2. das Eintrittsende des AK-Rohres beim Ausblasen als Austritt geschaltet ist und
3. die flüssige Luft immer etwa 2 cm unter dem Absatzrohr der Vorlage steht, da sonst der Rohransatz zu friert und sich so verstopft.
4. Die Beladung soll nicht höher als 20% sein.

Berechnung:

Bei einem reduzierten Barometerstand von B_0 mm, einer Wasserdampfension von w mm, einer beobachteten Temperatur von t° und einem angewandten Gasvolumen von V Litern beträgt das reduzierte Gasvolumen

$$V_0 = \frac{V (B_0 - w) 273}{760 (273 + t)}$$

Sind b ccm Benzin abgeblasen worden und das spez. Gewicht des Benzin s , so sind $b \times s$ Gramme Benzin aus V_0 Endgas erhalten worden.

Zur Umrechnung des Benzingehaltes auf 1 Nm³ Synthesegas V_s muss man die während der Bestimmung herrschende Kontraktion $c\%$ in Rechnung setzen.

$$V_s = V_0 \frac{100}{100 - c}$$

$$\frac{a \times 1000}{V_s} = \text{ccm Benzin/Nm}^3 \text{ Synthesegas.}$$

bb) Gasolbestimmung.

Die Bestimmung der Gasolkohlenwasserstoffe im Endgas erfolgt in der gleichen Weise wie die Benzinbestimmung. Man leitet demnach das zu untersuchende Gas mit einer Strömungsgeschwindigkeit von 100-150 Ltr./h durch das AK-Rohr, wobei so hoch beladen wird, dass die Kohlenstoffzahl in dem späteren Abtriebsgas etwa 2-3 beträgt, was bei etwa 200 Liter erreicht wird. Nach beendeter Beladung wird, wie auf Seite 58 ausgeführt, abgeblasen. Hierauf wird die Vorlage an der Einleitungsseite mit einem Stopfen verschlossen und das andere Ende mit einem Gasometer verbunden, so dass die kondensierten Gasolkohlenwasserstoffe in den Gasometer gelangen können. Mit Hat sich das Kondensat auf 18° C erwärmt, so schliesst man den Gasometer und stellt nach erfolgtem Temperaturausgleich das Volumen fest.

Das auf diese Weise erhaltene Gasgemisch wird nun entweder nach der Verdoppelungsmethode oder nach der Carbotoxmethode auf Gasol untersucht und umgerechnet. Die Bestimmung von Gasol mittels Anreicherung der Gasolkohlenwasserstoffe auf Aktivkohle erfolgt durch Auswertung der Analyse des gewonnenen Gasolgas. Hierfür ist die bei der Analyse im Orsatapparat gefundene Kohlenstoffzahl ausschlaggebend. Da Methan und Äthan nicht als Gasolkohlenwasserstoffe gelten, muss die Anreicherung durch Einstellen der Gasmenge so vorgenommen werden, dass die Kohlenstoffzahl des ausgetriebenen Gasols nahe an 3 herankommt, d.h. neben C₃-Kohlenwasserstoffen wird dann Äthan nur teilweise und Methan praktisch nicht mehr adsorbiert. Auf die Bestimmung der Kohlenstoffzahl wird auch bisweilen verzichtet, wenn das Verhältnis Olefin- zu Paraffinkohlenwasserstoffen in dem zu untersuchenden Gas bekannt ist. Aus dem C₃H₈+C₄H₁₀-Wert errechnet sich dann mit Hilfe obiger Verhältniszahlen der Gasolgehalt (Verdoppelungsmethode). Diese Methode ist jedoch nur beschränkt anwendbar, da das Olefin- zu Paraffinverhältnis sowohl von der Kohlenstoffzahl des angereicherten Gasolgas als auch von der Zusatzbeladung der Aktivkohle (bei Durchschlagbestimmung) sehr abhängig ist. Zur einfachen und schnellen Berechnung der Gasolmenge aus der Orsatanalyse und Kohlenstoffzahl wird folgende Methode angewandt, bei der Streuungen der Kohlenstoffzahl zulässig sind und keine Abhängigkeit vom Verhältnis der ungesättigten und gesättigten Kohlenwasserstoffe besteht. Das Kurvenblatt (Abbildung 27) zeigt die Litergewichte der Gasolkohlenwasserstoffe in Abhängigkeit von der Verbrennungskohlenstoffzahl unter Berücksichtigung ihrer Abweichung von der wahren Kohlenstoffzahl (Abbildung 2). Zwischen 3 und 4 ist das Litergewicht eingesetzt, unterhalb 3 ein angenommenes Litergewicht, das nur den Gehalt an verflüssigbaren Gasolen (C₃+) ausdrückt.

Die Auswertung einer Analyse erfolgt nun so, dass

1. bei einer Kohlenstoffzahl von 3 und darüber die Summe der ungesättigten und gesättigten Kohlenwasserstoffe mit dem der Kohlenstoffzahl entsprechenden Litergewicht der Kurve eingesetzt wird, oder
2. bei einer Kohlenstoffzahl unterhalb 3 der Propylengehalt mit dem Litergewicht 1,96 und die gesättigten Kohlenwasserstoffe mit dem der Kurve entsprechenden Litergewicht eingesetzt werden.

c) Bestimmung des Olefingehaltes.

Apparatur:

Man verwendet die Flasche, die bei der Sauerstoffbestimmung, Seite 27 angegeben ist (Abbildung 4).

Ausführung:

Die Flasche wird mit dem zu untersuchenden Gas gefüllt. Durch den Trichteraufsatz lässt man nun 10 ccm n/10 Bromidbromatlösung einfließen, wobei der zweite Hahn vorsichtig kurz zu öffnen ist. Hierauf werden in gleicher Weise 20 ccm 2n-Schwefelsäure zugegeben, Druckausgleich durch Öffnen des zweiten Hahnes hergestellt und die Flasche vor Licht gut geschützt, 1/2 Stunde lang in einer Schüttelmaschine kräftig geschüttelt. Sollte die Lösung sich inzwischen entfärbt haben, so füllt man unter den gegebenen Vorsichtsmaßnahmen nochmals 10 ccm n/10 Kaliumbromidbromatlösung nach und schüttelt wieder 1/2 Stunde lang. Zu der deutlich gelb gefärbten Lösung gibt man 10 ccm 10%ige Kaliumjodidlösung, schwenkt um und titriert das ausgeschiedene Jod in Gegenwart von Stärke mit n/10 Natriumthiosulfatlösung.

$$1 \text{ ccm n/10 Kaliumbromidbromatlösung} = 1,10 \text{ ccm Nccm Olefine } (C_n H_{2n}).$$

Bemerkung:

Bei schwefelwasserstoffhaltigen Gasen muss Kaliumazetatlösung zur Entfernung des Schwefelwasserstoffs vorgelegt werden. Bei Flaschen mit Schliffstopfen muss darauf geachtet werden, dass kein Hahnfett in die Flasche gerät. Nach der beschriebenen Methode wird täglich der Olefingehalt im Restgas bestimmt.

Berechnung:

Bei einem reduzierten Barometerstand von B_0 mm, einer Wasser-

Bag Target
2733 - 0/4.11

(2)

dampftension von w mm, einer beobachteten Temperatur von t° und einem angewandten Gasvolumen von V Litern (Flascheninhalt weniger ccm n/10 Kaliumbromidbromatlösung + ccm 2n-Schwefelsäure) beträgt das reduzierte Gasvolumen

$$V_0 = \frac{V (B_0 - w) 273}{760 (273 + t)}$$

$$\text{Olefingehalt im Gas} = \frac{(a - b) 1,10 \times 100}{V_0} \text{ Vol.}\%$$

a = ccm n/10 Kaliumbromidbromatlösung.

b = ccm n/10 Natriumthiosulfatlösung.

Reagenzien:

n/10 Kaliumbromidbromatlösung "Merck".

2n-Schwefelsäure "Merck".

n/10 Natriumthiosulfatlösung "Merck".

Kaliumjodid z. Anal. "Merck in 10% iger Lösung.

Stärke Lösung wie Seite 5.

d) Analyse des Gasols-

aa) Probenahme.

Siehe Seite 16.

bb) Gasanalyse.

Siehe Seite 16.

e) Analysen zur Einstellung der Inertschaltung.

Wird noch geliefert.

f) Benzindurchschlagbestimmung.

Um die restlose Adsorption der Benzinkohlenwasserstoffe an der Aktivkohleanlage zu überprüfen, werden von Zeit zu Zeit Benzindurchschlagbestimmungen durchgeführt.

Hierzu verwendet man mittlere Aktivkohleröhre (siehe Seite 58), die mit 300-350 g Aktivkohle gefüllt sind.

Man leitet wie bei einer normalen Benzinbestimmung 2000-3000 Liter Restgas bei einer Strömungsgeschwindigkeit von 200-300 Ltr./h durch das AK-Rohr, misst mit einer Gasuhr die Gasmenge und treibt nach beendeter Beladung die evtl. vorhandenen Benzinkohlenwasserstoffe ab. Die mit flüssiger Luft gekühlte Vorlage wird im Wasserbad bei 18°C aufgetaut und das evtl. zurückgebliebene Benzin gemessen.

Die Angabe erfolgt in g Benzin/m³.

2. Untersuchung der Aktivkohle.

a) Bestimmung des Wassergehaltes.

Die Bestimmung wird sinngemäss nach Seite 2 ausgeführt. Man nimmt meist die zur Schüttelgewichtsbestimmung verwandte Kohle.

Der Wassergehalt wird in Prozenten - auf Trockensubstanz bezogen - angegeben.

b) Bestimmung des Schüttgewichtes.

Ein 100-ccm-Messzylinder wird zunächst etwas über die Marke mit der zu untersuchenden Kohle gefüllt und dann auf einer mit einem Tuch geschützten, festen Unterlage gestampft. Man füllt solange Kohle bis zur Marke nach, bis Volumenkonstanz erreicht ist. Hierauf wird gewogen.

$$\text{Schüttgewicht} = \frac{g}{100} \text{ ccm.}$$

c) Bestimmung der Restbeladung.

100 g der zu untersuchenden Kohle werden in das Ausdampfgefäss (siehe Abbildung 28) eingefüllt und 1 Stunde lang überhitzter Dampf von 300°C durchgelitet. Die ausgetriebenen Gase werden im Kupferkühler verdichtet und das Kondensat in der Glasvorlage aufgefangen. Hierauf wird die Benzinschicht gemessen.

Berechnung:

Bemerkung:

Man begnügt sich vielfach bei der Bestimmung der Restbeladung auf Ermittlung des Wassergehaltes und Schüttgewichtes; denn die Restbeladung ergibt sich als Gewichts-differenz zwischen frischer, trockener Aktivkohle und gebrauchter Aktivkohle.

$$\text{Restbeladung} = \left(\frac{a \times 100}{b} - 100 \right) - W \%$$

- a = Schüttgewicht der gebrauchten Kohle
- b = Schüttgewicht der frischen, trockenen Kohle
- W = Wassergehalt der gebrauchten Kohle.

d) Paraffinbestimmung in Aktivkohle.

Da die Paraffinnebel des Endgases von der Aktivkohle absorbiert werden und hier eine Erweichung der Absorptionswirkung hervorrufen, wird von Zeit zu Zeit der Paraffingehalt der Aktivkohle in verschiedenen Schichthöhen ermittelt. Die Ausführung erfolgt sinngemäss nach Seite 49/50.

e) Aktivitätsbestimmung.

Apparatur:

Die Anordnung derselben ist aus Abbildung 29 ersichtlich.

Ausführung:

Man füllt die zwei hintereinander geschalteten U-Röhrchen in vorschriftsmässiger Weise mit einer genau gewogenen Menge (g) der zu untersuchenden Aktivkohle, die vorher bei 240°C abgetrieben sein muss. Dann leitet man einen Stickstoff-Wasserstoffstrom, der bei 20°C zu 10% mit Benzoldämpfen beladen ist, solange durch die Kohle, bis kein Benzol mehr aufgenommen wird, was man durch mehrmaliges Wägen feststellt. Die Gewichtszunahme der U-Röhrchen (a) entspricht der Beladung.

Berechnung:

$$\text{Beladung} = \frac{a \times 100}{g} \%$$

Reagens:

Benzol, kristallisierbar, z. Anal. "Merck".

Bag Target

2733 - 0/4.11

VIII. Destillation, Stabilisation, Gasolgewinnung.

1. Benzin und Öl.

a) Bestimmung des Siedeverhaltens.

Die Bestimmung wird sinngemäß nach Seite 52 ausgeführt.

b) Bestimmung des spezifischen Gewichtes.

Die Ausführung erfolgt nach den Angaben auf Seite 54.

c) Bestimmung des Olefingehaltes.

Apparatur:

Sie ist aus Abbildung 30 ersichtlich.

Ausführung:

32 ccm Phosphorpentoxyd-Schwefelsäure werden in das Rohr eingefüllt und nach einigem Stehen vorsichtig mit einer Pipette 8 ccm des zu untersuchenden Produktes hinzugegeben. Nachdem man das Gefäß sorgfältig mit dem Stopfen geschlossen hat, beginnt man unter hinreichender Kühlung mit Eiswasser mit dem vorsichtigen Mischen des Rohrinhaltes. Das Durchmischen in Eiswasser wird solange vorgenommen, bis die Hauptreaktion beendet ist. Dann schüttelt man noch 5 Minuten lang an fräier Luft, bringt das Rohr in eine Zentrifuge und schleudert solange, bis sich die beiden Schichten (Schwefelsäure und Benzin) voneinander getrennt haben (10-15 Minuten). Hierauf liest man die Menge Restbenzin ab.

Die Differenz gegen 8 gibt den Gehalt an Olefinen und Aromaten.

Berechnung:

Restbenzin x 100

8

= Olefine + Aromaten.

Reagens:

30 g Phosphorsäureanhydrid ~~pro Anal.~~ "Merck" werden sehr vorsichtig in 100 ccm Schwefelsäure 1,84 (mindestens 96%) ~~pro Anal.~~ "Merck" eingetragen. Die Lösung ist sehr hygroskopisch und muß daher von Luft gut geschützt aufbewahrt werden.

Bemerkung:

Man kann das Schütteln in einer von der Fa. Haage, Milheim, mit Wasserkühlung gebauten Schüttelmaschine vornehmen. Wie schon erwähnt, werden durch die Methode Olefine und Aromaten bestimmt. Da jedoch in den Primärprodukten der Benzinsynthese keine Aromaten enthalten sind, ist das Ergebnis stets dem vorhandenen Olefingehalt gleich zu setzen.

Ist, wie bei Spaltbenzinen, mit Aromaten zu rechnen, so werden letztere gesondert ermittelt. Unter Aufteilung des Produktes in möglichst eng geschnittene Fraktionen wird die Jodzahl, Refraktion, Dispersion, spez. Gewicht usw. bestimmt und dann evtl. nach Hydrierung der einzelnen Fraktionen und erneuerter Bestimmung der physikalischen Konstanten auf den Gehalt an aromatischen Kohlenwasserstoffen geschlossen.

d) Bestimmung des Abdampftestes.

Enthält ein Kraftstoff größere Mengen nicht verdampfbaren Bestandteile, so treten leicht Verpichungen und Verklebungen der Ventile auf. Es ist daher notwendig, die Verdampfbarkeit eines direkt aus der Produktion kommenden Kraftstoffes festzustellen. Für die Beurteilung eines solchen Kraftstoffes dient der Abdampf- oder Abblasetest.

Ausführung:

100 ccm des zu untersuchenden Kraftstoffes läßt man aus einem Scheidetrichter in eine halbkugelig geformte, mit flachen Boden versehene Glasschale (oberer Rand 90 mm \varnothing , 50 mm hoch), die auf einem kochenden Wasserbade steht, tropfen. Gleichzeitig wird ein auf 80°C vorgewärmter Luftstrom mit etwa 1 m³/h Geschwindigkeit in die Schale so geblasen, daß die 100 ccm Kraftstoff in etwa 45 Minuten verdampft sind. Hierauf wird die Schale bei 105°C 1 Stunde lang im Trockenschrank belassen und nach dem Erkalten gewogen. Es wird allgemein von Kraftstoffen verlangt, daß der Abdampfdruckstand unter 10 mg/100 ccm liegt.

2. Gasol und Gas.

a) Analyse der Stabilisationsgase.

Soll der genaue Gehalt der einzelnen ungesättigten und Paraffinkohlenwasserstoffe bestimmt werden, so muß man in den normalen Orsatapparat, wie er auf Seite 16 kurz beschrieben wurde, noch weitere Absorptionspipetten einbauen (Abbildung 31). Die Füllung der Absorptionsgefäße ist dann folgende:

1. Kalilauge für Kohlendioxyd
2. 75%ige Schwefelsäure für Butylen
3. 87%ige Schwefelsäure für Propylen
4. Silberschwefelsäure für Äthylen
5. rauchende Schwefelsäure für schwere Kohlenwasserstoffe.
6. Alkalische Pyrogallollösung für Sauerstoff
7. ammoniakalische Kupferchlorürlösung für Kohlenoxyd
8. schwefelsaure Kupfersulfat-β-Naphthol-Lösung für Kohlenoxydreste
9. Jodpentoxydschwefelsäure für Butan

Ausführung:

Die vorbereitenden Arbeiten erfolgen nach den Angaben auf Seite 77. Nach der Absorption des Kohlendioxyds wird das Gas in die Pipette mit 75%iger Schwefelsäure gedrückt, falls eine Bestimmung des Butylens erforderlich ist. Sonst geht man zur Absorption des Propylens in 87%iger Schwefelsäure über. Bei der Trennung der ungesättigten Kohlenwasserstoffe muß nach jedem Einleiten (meist einheitlich 1 Minute) abgelesen, notiert und nach Erreichen einer konstanten Volumenabnahme der Gasrest in die nächste Pipette geleitet werden.

Man darf hierbei keineswegs immer bis zur Volumenkonstanz absorbieren.

Da die Verhältnisse hier etwas verwickelt liegen, sei an der Hand eines Beispiels der Vorgang erläutert.

	in 75%iger Schwefelsäure	in 87%iger Schwefelsäure	in Silber- Schwefelsäure
Ausgangsstand:	25,1	32,4	40,2
n.d.l. Ablesung	28,0	35,9	40,7
" " 2. "	29,9	37,6	40,8
" " 3. "	30,9	39,0	40,9
" " 4. "	31,4	39,6	41,0
" " 5. "	31,9	39,8	41,0
" " 6. "	32,4	40,0	41,0
" " 7. "		40,2	

Man interpoliert für Butylen $0,5 \times 6$ Absorptionen = 3,0 ccm. Es sind also $(32,4 - 3,0) - 25,1 = 4,3\%$ Butylen gefunden. Für Propylen interpoliert man $0,2 \times 7$ Absorptionen = 1,4 ccm. Jedoch muß hier das in der 75%igen Schwefelsäure mitabsorbierte Propylen hinzugerechnet werden. $(40,2 - 1,4 + 3,0) - 32,4 = 9,4\%$ Propylen gefunden.

Sind mehr als 10% Kohlenoxyd im Gas enthalten, so interpelieren man auch den Äthylenwert (hier nicht erforderlich).
Es ergibt sich also $(41,0 + 1,4) - 40,2 = 2,2\%$ Äthylen.
Das restliche Gas wird nun nach dem normalen Gang weiter untersucht.

Soll auch der genaue Gehalt der einzelnen Paraffinkohlenwasserstoffe ermittelt werden, so muß eine 2. Probe desselben Gases bis zum Kohlenoxyd normal analysiert und dann vor der Verbrennung des Wasserstoffs zur Absorption des Propanes und Butans in die Jodpentoxydschwefelsäurepipette eingeleitet werden.

Findet man z.B. hierbei, daß nach 20 Absorptionen (je 2 Minuten) 35 ccm bei einer konstanten Volumenabnahme von 0,15 (5mal gefunden) von der Lösung aufgenommen wurden, so sind $20 \times 0,15 = 3,0$ ccm Äthan mitabsorbiert worden.

Im Rest des Gases wird zunächst der Wasserstoff und dann die restlichen gesättigten Kohlenwasserstoffe, die nur noch aus Methan und Äthan bestehen, durch Verbrennen bestimmt.

Findet man z.B. eine korrigierte Kohlenstoffzahl von 1,833 bei einer Verbrennung von 30 ccm Kohlenwasserstoffen, so sind $0,833 \times 30 = 25,0\%$ C_2H_6 und $5,0\%$ CH_4 im Gas enthalten.

Vor der Zusammenstellung der Analysenergebnisse muß der bei der ersten Analyse gefundene Wert für die Kohlenstoffzahl berichtigt werden (siehe Abbildung 26), da die gefundene Kohlenstoffzahl auf Grund des verschiedenen großen Molvolumens der einzelnen Kohlenwasserstoffe nicht mit der wahren Kohlenstoffzahl übereinstimmt. So entspricht eine gefundene Kohlenstoffzahl

1	einer wahren Kohlenstoffzahl	1,01
2	" "	1,982
3	" "	2,939
4	" "	3,904

Zusammenstellung des Analysenergebnisses.

Insgesamt Paraffinkohlenwasserstoffe	= 65% (mit C-Z. 2,755)
Davon Propan und Butan	= 32% (35,0 - 3,0)
Äthan	= 28% (25,0 + 3,0)
Methan	= 5%

65 ccm $C_n H_{2n+2}$	entsprechen	179,2 ccm CO_2
28 ccm C_2H_6	"	56,0 ccm CO_2
5 ccm CH_4	"	5,0 ccm CO_2

Demnach bleiben für 32 ccm Butan + Propan 118,2 ccm CO_2 .

Daraus ergibt sich für Butan + Propan eine Kohlenstoffzahl von 3,69, also ist der Butangehalt = $22,1\%$ ($0,69 \times 32$) und der Propangehalt = $9,9\%$.

Die gesamten 65% Paraffinkohlenwasserstoffe mit einer Kohlenstoffzahl von 2,755 setzen sich zusammen aus:

22,1%	C_4H_{10}
9,9%	C_3H_8
28,0%	C_2H_6
5,0%	CH_4

enthält ein Gas weniger als 15% Äthan und Methan, so ist es zweckmäßig, das Gas bei der Absorption in Jodpentoxydschwefelsäure mit Stickstoff zu verdünnen.

Reagenzien:

Schwefelsäure 1,84 (mindestens 96%) z. Anal. "Merck", auf 75 bzw. 87% verdünnt.

Silberschwefelsäure:

5 g Silbernitrat z. Anal. "Merck" werden mit Schwefelsäure 1,84 (mindestens 96%) z. Anal. "Merck" vorsichtig abgeraucht. Der Abrauchrückstand wird in Schwefelsäure gelöst und zu 250 ccm mit Schwefelsäure im Messkolben aufgefüllt.

Jodpentoxydschwefelsäure:

10 g Jodsäureanhydrid z. Anal. "Merck" werden mit einem Teil von 125 g rauchender Schwefelsäure (pro 100 g Säure 64 g Schwefelsäure-1,84 und 54 g rauchende Schwefelsäure, etwa 20% SO_3 , "Merck") in einer Reibschale gut verrieben, dann der Rest der Säure zugegeben und gut durchgeschüttelt.

Die Lösung muss vor Licht geschützt und vor jeder Absorption gut geschüttelt werden!

Siehe auch Seite 78.

b) Trennung der Kohlenwasserstoffe.

Die Trennung und Bestimmung der einzelnen Kohlenwasserstoffe des Gasols erfolgt ausser der verhältnismässig ungenauen Analyse im Orsatapparat nach folgenden 4 Methoden:

- aa) Tieftemperatursiedeanalyse,
- bb) Destillation in der B.V.-Feinfraktionierkolonne
- cc) nach der van Dijksehen Methode,
- dd) durch Desorption nach Peters.

aa) Tieftemperatursiedeanalyse.Prinzip:

Eine gemessene Menge des zu untersuchenden, gasförmigen Gasols wird bei -80° in einem Kolben kondensiert und hierauf langsam mittels einer elektrischen Heizung einer fraktionierten Destillation unterworfen.

Apparatur:

Die Anordnung des Gerätes ist aus Abbildung 32 ersichtlich. Die Vorrichtung besteht aus einem 3 ccm fassenden Destillationskolbchen (Abbildung 33), der Rektifizierkolonne, einem Glasspielerrohr von etwa 10 cm Höhe und den als Auffangvorlagen dienenden Woulffschen Flaschen.

Das Destillierkolbchen ist von einem elektrischen Heizkörbchen umgeben, das sich in einem Luftbad befindet. Unmittelbar am Austritt der dephlegmierten Dämpfe ist eine Temperaturmessstelle angebracht, in die ein Eisen-Konstantan- oder Kupfer-Konstantan-Thermoelement taucht.

Ausführung:

Das zu untersuchende Gas wird aus der Probeflasche in eine Gasvorratsflasche entspannt, die mit 33%iger Kalilauge zur Absorption der Kohlensäure gefüllt ist. Hierauf evakuiert man die Apparatur unter gleichzeitiger Kühlung des Kolbchens auf -80° und leitet nach erfolgter Absorption des Kohlendioxyds 1,5 - 2 Liter in das Destillierkolbchen, wo die Verflüssigung stattfindet. Nach beendeter Kondensation

beginnt man mit der Aufheizung, wobei die Heizstromstärke dem Destillationsverlauf entsprechend geregelt wird (anfangs 4 Watt bis höchstens 20 Watt).

Während der Destillation einer Gaskomponente bleibt die Temperatur konstant. Der Übergang einer neuen Komponente bewirkt ein plötzliches Ansteigen der Temperatur bis zu dem Siedepunkt der betreffenden Komponente.

Die Siedekurve ergibt sich aus den aufgefangenen ccm Sperrflüssigkeit und der Siedetemperatur.

Die getrennt aufgefangenen C_2 -, C_3 - und C_4 -Kohlenwasserstoffe können durch Bestimmung der Dichte mittels der magnetischen Gaswaage (siehe Seite 47) oder Bestimmung der Kohlenstoffzahl im Orsatapparat (siehe Seite 68) überprüft werden. Der Anteil an ungesättigten Kohlenwasserstoffen muss im Orsatapparat durch Absorption mittels rauchender Schwefelsäure bestimmt werden.

Bei der Angabe des Resultates muss der Kohlendioxydgehalt des Ausgangsmaterials berücksichtigt werden.

Als Kältebad wird ein Dewardgefäß verwendet, das mit einer Mischung von Alkohol und fester Kohlensäure gefüllt ist (-72°).

bb) Destillation in der E.V.-Feinfraktionierkolonne.

Prinzip:

Eine gemessene Menge des gasförmigen C-Gasols wird mittels flüssiger Luft in einem kleinen Glasdestillationskölbchen verdichtet und hierauf in einer hohen Kolonne unter Zwischenschaltung eines Dephlegmators destilliert.

Apparatur:

Die Anordnung ist aus Abbildung 34 ersichtlich. Die genaue Einhaltung der Siedegrenzen wird durch 2 Thermoelemente überwacht, welche die Destillations- und Dephlegmatortemperatur messen.

Ausführung:

Nach Anschluss der Probeflasche an das Destillationskölbchen wird die gesamte Apparatur evakuiert und unmittelbar darauf das Gasol aus der auf dem Kopf stehenden Probeflasche in dem mit flüssiger Luft gekühlten Destillationskölbchen verdichtet. Innerhalb weniger Minuten ist das Kölbchen mit etwa 15-20 g Flüssiggas gefüllt. Nun wird die Zuleitung zum Kölbchen abgesperrt, die Versuchsf flasche abgenommen und durch Zurückwägen die angewandte Gasolmenge ermittelt.

Das mit flüssiger Luft gefüllte Dewardgefäß wird jetzt

durch ein mit Heizspirale versehenes Dewargefäß ersetzt und mit dem langsamen Anheizen begonnen. Die Heizstromstärke wird dem Destillationsverlauf entsprechend geregelt.

Die Auffangvorlage der ersten Fraktion wird erst bei ausgeglichenem Druck geöffnet.

Nach beendeter Rektifikation wird das Destillationskölbchen zur Kondensation der über + 2,5°C siedenden Bestandteile mittels eines Gemisches von Alkohol und flüchtiger Kohlensäure gekühlt und dann schnell der Rückstand gewogen. Hierauf erwärmt man unter kräftigem Umschütteln langsam auf 20°C und bestimmt abermals den Rückstand.

Die in den Vorlagen aufgefangenen Fraktionen werden nach Ermittlung des Volumens und der Dichte im Orsatapparat analysiert und die einzelnen Fraktionsvolumina auf Gewichtsprozentage umgerechnet.

Bemerkung:

Die Inerte und die Fraktionen der C₁ und C₂-Kohlenwasserstoffe gehen zwischen - 150 und - 50°C, die Fraktionen der C₃-Kohlenwasserstoffe zwischen - 50 bis - 20°C und die der C₄-Kohlenwasserstoffe zwischen - 20 bis + 2,5°C über.

Berechnung:

1. Gewichtsprozentage der gasförmigen Fraktionen:

red. Volumen x Vol. x Ltr.-Gew.

$$\text{Gew.}\% = \frac{\text{red. Volumen} \times \text{Vol.} \times \text{Ltr.-Gew.}}{\text{Einwaage in g}}$$

2. Gewichtsprozentage Rückstand + 2,5 bis 20°C und über 20°C

Rückstand in g x 100

$$\text{Gew.}\% = \frac{\text{Rückstand in g} \times 100}{\text{Einwaage in g}}$$

cc) Methode nach van Dijk.

Ein gemessenes Gasvolumen wird mit einem gasfreien, flüssigen Kohlenwasserstoff (meist Toluol) bei konstanter Temperatur (20°C) und bei normalem Druck in einem besonderen Waschgefäß gewaschen. Die mit Gas beladene Lösung wird in einer Rehschleife rektifiziert, die von außen durch Dämpfe einer Flüssigkeit beheizt wird, deren Siedepunkt nur wenige Grade unter dem der Waschflüssigkeit liegt.

Auf diese Weise tritt eine weitgehende Dephlegmierung der absorbierten Gase ein. Durch Wahl der richtigen Dephlegmierungstemperatur wird erreicht, dass der am stärksten absorbierbare Gasbestandteil entsprechend seines Teildruckes

aus dem Gasol herausgewaschen wird.

Die Volumenmenge der herausgewaschenen Gasbestandteile werden in Woulffschen Flaschen aufgefangen und gewaschen. Zur Auswertung der gefundenen Daten empfiehlt es sich, dieselben in ein Koordinatensystem einzutragen.

dd) Desorption nach Peters.

Diese Methode beruht auf der Eracheinung, dass jedes an Aktivkohle adsorbierte Gas nur in einem ganz bestimmten Temperaturgebiet desorbiert. Es ist also bei genauer Einhaltung der Desorptionstemperaturen möglich, eine quantitative Trennung der Kohlenwasserstoffe durchzuführen.

Man verdichtet nach Entfernung von Kohlendioxyd und Acetylen das zu untersuchende Treibgas, saugt bei -185°C Sauerstoff, Wasserstoff, Kohlenoxyd, Methan und Stickstoff ab und adsorbiert das zurückbleibende Kohlenwasserstoffgemisch an Aktivkohle.

Hierauf desorbiert man qualitativ in verschiedenen Temperaturgebieten, pumpt die Gasfraktionen mittels einer Quecksilberpumpe ab und bestimmt den Anteil der einzelnen Kohlenwasserstoffe in dem fraktionierten Gas durch Ermittlung der Dichte nach Stock (siehe Seite 41).

e) Bestimmung der Dichte und des Litergewichtes.

Die Bestimmung erfolgt nach Damas (Seite 39) oder nach Stock (Seite 41).

Vielfach begnügt man sich jedoch der Errechnung der Dichte aus der Kohlenstoffzahl der Analyse (Seite 38).

Die Anwendung des Bunsen-Schilling'schen Apparates ist für Gase mit einer Dichte über 1,3 nicht geeignet.

d) Bestimmung des Heizwertes.

Die Bestimmung wird mit dem Gaskolorimeter nach Junkers (siehe Seite 37) ausgeführt.

Seltener berechnet man den Heizwert aus der Analyse unter Zugrundelegung der Kohlenwasserstofftrennung in der Feinfraktionierkolonne (Seite 71).

e) Bestimmung der über 20°C siedenden Bestandteile.

Man schließt die vollkommen trockene, gewogene Gasvorlage (Abbildung 35) an die Gasprobeflasche an und verbindet die Vorlage mit einer Trockengasuhr. Dann stellt man die Vorlage in ein Kältebad von -50°C (Gemisch von Alkohol und

Die Durchführung einer Bestimmung erfordert etwa 3 Stunden.

Reagenzien:

n/10 Salzsäure "Merck".
Methylorange-Lösung 0,1%ig "Merck".

f) Prüfung auf Alkalität.

10 ccm Wasser werden in einem Probierringglas mit 3 Tropfen Phenolphthaleinlösung versetzt. Eine mehr oder weniger intensive Rotfärbung zeigt freies Alkali an.

Reagens:

Phenolphthalein-Lösung 1%ig "Merck".

g) Prüfung auf freie Mineralsäure.

100 ccm Wasser werden in einem Erlenmeyerkolben mit Methylorangefärbung versetzt. Färbt sich hierbei die Probe rot, so ist freie Mineralsäure vorhanden.

Reagens:

Methylorange-Lösung 0,1%ig "Merck".

h) Bestimmung der freien Kohlensäure.

100 ccm Wasser werden in den Kolben für Kohlensäurebestimmung gefüllt, wobei darauf zu achten ist, dass das Wasser möglichst auf den Boden des Kolbens ausfließt. Man fügt dann 2 Tropfen Phenolphthaleinlösung zu, schwenkt langsam um und lässt tropfenweise n/10 Kalilauge zu, bis eine mindestens 2-3 Minuten bestehnbleibende schwache Rosafärbung auftritt. Man dreht den mit Gummistopfen verschlossenen Kolben mehrmals um und titriert schliesslich bis zur bleibenden Rotfärbung.

Berechnung:

$$\text{Verbr. ccm n/10 KOH} \times 44 = \text{CO}_2 \text{ mg/n.}$$

Reagenzien:

n/10 Kalilauge "Merck".
Phenolphthalein-Lösung 1%ig "Merck".

i) Bestimmung des pH-Wertes.

8 ccm des zu untersuchenden Wassers werden in die kleine Porzellanschale gefüllt und 2 Tropfen Indikatorlösung zugegeben. Der entstandene Farbton wird mit der Farbenskala verglichen und das pH direkt abgelesen.

k) Bestimmung des Eisens.

Die Bestimmung wird kolorimetrisch ausgeführt.

fester Kohlensäure) und verdichtet das Gas zu $\frac{3}{4}$ des Inhalts. Nach erfolgter Probennahme und Notierung des Standes der Gasuhr wird die Vorlage in ein Wasserbad von 0° gesetzt und so lange vorsichtig destilliert, bis nichts mehr übergeht. Dann vertauscht man das Wasserbad mit einem von 20° C und destilliert weiter ab. Hierauf wird die Vorlage mit Gummistopfen geschlossen, gut abgetrocknet und gewogen.

Berechnung:

$$\frac{\text{g Rückstand} \times 100}{\text{Dichte} \times 1,293 \times \text{Liter Gas}} = \% \text{ über } 20^{\circ} \text{ siedende Anteile}$$

Als Dichte setzt man den Erfahrungswert 1,755 ein.

f) Bestimmung des Kohlendioxydgehaltes.

Um eine gute Durchschnittsprobe des zu untersuchenden Gases zu erhalten, wird die Stahlprobeflasche mit dem Ventil nach unten in ein Stativ gespannt und nach dem Abblasen einer kleinen Menge Gas die Probe durch geringes Öffnen des Ventils in einen Gasometer einströmen lassen gelassen.

Aus dieser Gasometerprobe wird eine Gassammelprobe in bekannter Weise im Orastapparat auf Kohlendioxyd untersucht (siehe Seite 74).

g) Bestimmung des spez. Gewichtes im Flüssiggas.

Das zu untersuchende Gas wird bis 7 atm. in eine Spezialbombe gedrückt, deren Ausmasse genau bekannt sind und deren Gewicht leer und mit Wasser vorher ermittelt wurde. Gas- und Wassertemperatur müssen gleich sein.

Berechnung:

$$\text{spez. Gewicht} = \frac{\text{Gasgewicht}}{\text{Wassergewicht}}$$

h) Bestimmung des Dampfdruckes.

Sie erfolgt in einer Spezialdampfdruckbombe, deren Masse bekannt sind, sinngemäss wie die Bestimmung des Dampfdruckes in der Dampfdruckpumpe nach Reid (siehe ...).

Die Temperatur, bei der die Bestimmung ausgeführt wird, richtet sich nach der Jahreszeit und ist im allgemeinen -15° , 0° , $+20^{\circ}$ und $+40^{\circ}$ C. Die Angabe des Dampfdruckes erfolgt in kg/cm Atmosphärenüberdruck.

1) National Petroleum News v. 6.4.1932, S. 35 ff.

1) Bestimmung des Feuchtigkeitsgehaltes.aa) Qualitativ.

Ein fein verteilter Baumwollknoten wird mit Kobaltbromid-Lösung getränkt. Man bringt ihn in eine Glasröhre, die teilweise von einer Metallhülse umgeben ist. Die Glasröhre wird am Eintritt in einem 1/8" Fitting befestigt, am anderen Ende erhält sie ein kapillares Mundstück, das als Austritt dient. Dieses so vorbereitete Rohr setzt man 30 Minuten dem zu untersuchenden Gasstrom aus. Bleibt die Färbung blau, so ist das Gas trocken, tritt jedoch eine lila- oder blassrote Färbung auf, so ist das Gas als feucht zu bezeichnen.

bb) Quantitativ.

Durch 2 mit trockenem Magnesiumperchlorat gefüllte U-Röhre leitet man einen Stickstoffstrom und wägt dann die Röhre. Nunmehr leitet man aus einer kleinen gewogenen Stahlflasche einen langsamen Gasstrom durch die Röhren. Die leere Flasche wird zurückgewogen und durch die U-Röhren wieder Stickstoff geleitet und schliesslich deren Gewichtszunahme bestimmt.

Berechnung:

$$\frac{\text{Gewichtszunahme} \times 100}{\text{Gewicht des Gasols}} = \% \text{ Feuchtigkeit}$$

Auf diese Weise lässt sich noch ein Feuchtigkeitsgehalt von 0,2% ermitteln.

Reagens:

Magnesiumperchlorat/z. Anal. "Merck".

(Trockenmischer
mittel)

IX. Hilfsbetriebe.1. Frisch- und Speisewasser.a) Bestimmung der Schwebstoffe.

Befinden sich im Wasser Schwebstoffe, so wird zu deren Bestimmung 1 Liter der Wasserprobe durch einen tarierten Glassintertiegel filtriert und Tiegel mit Rückstand bei $100-102^{\circ}$ C bis zur Gewichtskonstanz getrocknet.

b) Bestimmung des Abdampfrückstandes.

In einer gewogenen Porzellan- bzw. Platinschale werden 250 ccm, von welchem Wasser 500 ccm, auf dem Wasserbade eingedampft. Den Abdampfrückstand trocknet man in einem elektrischen Trockenschrank bei $100-102^{\circ}$ C bis zur Gewichtskonstanz.

c) Bestimmung des Glührückstandes.

Der Abdampf rückstand (siehe vorhergehenden Abschnitt) wird auf schwache Rotglut erhitzt, wobei die organische Substanz verkohlt. Man glüht so lange, bis die Kohle verbrannt ist, befeuchtet dann den Rückstand mit konz. Ammoniumkarbonatlösung und glüht nochmals bis zur schwachen Rotglut und wägt.

Die Differenz der Auswägen von den Bestimmungen des Abdampf- und Glührückstandes ergibt den Gehalt an organischen Verunreinigungen, der in mg/l ausgedrückt wird.

Reagens:

Ammoniumkarbonat z. Anal. "Merck" in konz. Lösung.

d) Bestimmung der Härte.aa) Gesamthärte.

Die Bestimmung wird nach Boutron und Boudet folgender Weise ausgeführt.

In das Schüttelglas mit den 4 Marken füllt man 40 ccm Rohwasser, fügt aus dem bis zur obersten Marke gefüllten Härteprüfer etwa 6 Tropfen Seifenlösung hinzu, verschliesst das Schüttelglas mit dem Finger und schüttelt nun kräftig einige Sekunden. Entsteht hierbei kein bleibender Schaum, dann wiederholt man den Zusatz der Seifenlösung so oft, bis nach dem Schütteln ein weißer, feinblasiger, etwa 3 Minuten haltbarer Schaum auf der Oberfläche der Flüssigkeit bleibt.

Darauf bringt man den Härteprüfer in senkrechte Lage, saugt einen etwa in der engen Auslaufspitze verbliebenen Tropfen der Seifenlösung vorsichtig zurück und liest nach kurzem Stehen die Härte des Wassers in deutschen Graden am Härteprüfer ab.

Bemerkung:

Enthält das Wasser mehr als $10-12^{\circ}$ d (Deutsche Grade), so muss die Bestimmung wiederholt werden, indem man nur 20 ccm des Rohwassers und 20 ccm destilliertes Wasser mischt und dann die Härte wie oben bestimmt. Der Befund muss dann mit 2 multipliziert werden.

Enthält das Wasser $20-25^{\circ}$ d, dann mischt man 10 ccm des Rohwassers mit 30 ccm destilliertem Wasser und multipliziert das Ergebnis mit 4.

Bei noch grösseren Härten wendet man entsprechend grössere Verdünnungen an.

Die Prüfung des im Permutitverfahren enthärteten Wassers geschieht nach vorstehender Anweisung. Es genügt jedoch die Feststellung der Tropfenzahl, die zur Schaumbildung notwendig ist.

Reagens:

Seifenlösung nach Boutron und Boudet "Merck".

bb) Karbonathärte.

250 ccm der Wasserprobe werden mit Methylorangelösung schwach angefärbt. Die Lösung wird langsam mit $n/10$ Salzsäure bis zum Farbumschlag titriert.

1 ccm $n/10$ Salzsäure = 0,0028 g CaO .

1 ccm $n/10$ Salzsäure, von 1 Liter Wasser verbraucht, entspricht $0,28^{\circ}$ d.

Reagenzien:

$n/10$ Salzsäure "Merck".

Methylorange-Lösung 0,1%ig "Merck".

cc) Bleibende Härte.

Die Gesamthärte vermindert um die Karbonathärte ergibt die bleibende Härte.

e) Bestimmung der Alkalinität.

100 ccm des zu untersuchenden Wassers werden in einem Erlenmeyerkolben mit 2 Tropfen Methylorangelösung versetzt. Man titriert tropfenweise mit $n/10$ Salzsäure, bis die intensive Gelbfärbung in orange übergeht.

Die Anzahl verbrauchter ccm $n/10$ Salzsäure mit 2,8 multipliziert ergibt den Gehalt an Bikarbonaten, d.h., die Alkalinität in deutschen Graden.

Reagenzien:

n/10 Salzsäure "Merck".
Methylorange-Lösung 0,1%ig "Merck".

f) Prüfung auf Alkalität.

10 ccm Wasser werden in einem Probierglas mit 3 Tropfen Phenolphthaleinlösung versetzt. Eine mehr oder weniger intensive Rotfärbung zeigt freies Alkali an.

Reagens:

Phenolphthalein-Lösung 1%ig "Merck".

g) Prüfung auf freie Mineralsäure.

100 ccm Wasser werden in einem Erlenmeyerkolben mit Methylorangefärbung versetzt. Färbt sich hierbei die Probe rot, so ist freie Mineralsäure vorhanden.

Reagens:

Methylorange-Lösung 0,1%ig "Merck".

h) Bestimmung der freien Kohlensäure.

100 ccm Wasser werden in den Kolben für Kohlensäurebestimmung gefüllt, wobei darauf zu achten ist, dass das Wasser möglichst auf den Boden des Kolbens ausfließt. Man fügt dann 2 Tropfen Phenolphthaleinlösung zu, schwenkt langsam um und lässt tropfenweise n/10 Kalilauge zu, bis eine mindestens 2-3 Minuten bestehende schwache Rosafärbung auftritt. Man dreht den mit Gummistopfen verschlossenen Kolben mehrmals um und titriert schliesslich bis zur bleibenden Rotfärbung.

Berechnung:

$$\text{Verbr. ccm n/10 KOH} \times 44 = \text{CO}_2 \text{ mg/n.}$$

Reagenzien:

n/10-Kalilauge "Merck".
Phenolphthalein-Lösung 1%ig "Merck".

i) Bestimmung des p_H-wertes.

8 ccm des zu untersuchenden Wassers werden in die kleine Porzellanschale gefüllt und 2 Tropfen Indikatorlösung zugegeben. Der entstandene Farbton wird mit der Farbenskala verglichen und das p_H direkt abgelesen.

k) Bestimmung des Eisens.

Die Bestimmung wird kolorimetrisch ausgeführt.

Das zu untersuchende Wasser wird mit einigen Tropfen Salpetersäure (1,4) aufgeköcht und dann erkalten gelassen. Dann bringt man in einen graduierten Glaszylinder mit Stöpsel 5 ccm Kaliumsulfocyanidlösung, 5 ccm Äther und 1 Tropfen Salpetersäure (1,4) und schüttelt um. Hierauf werden 10 ccm des zu untersuchenden Wassers zugegeben, gut umgeschüttelt, und stehen gelassen.

In einen zweiten Glaszylinder bringt man 10 ccm destilliertes Wasser, 1 Tropfen Salpetersäure (1,4), 5 ccm Kaliumsulfocyanidlösung, schüttelt gut um und lässt dann aus einer Bürette zunächst 0,5 der Eisenvergleichslösung zufließen. Nach gutem Umschütteln vergleicht man die beiden Farbtöne. Ist der Farbton der Vergleichslösung noch zu hell, setzt man solange von der Eisenvergleichslösung in den zweiten Zylinder, bis Farbgleichheit erzielt ist.

Berechnung:

$$\text{ccm Vergleichslsg.} \times 0,011 = \text{mg Fe.}$$

Reagenzien:

Salpetersäure 1,40 (mindestens 65%) z. Anal. "Merck".
Kaliumsulfocyanid z. Anal. "Merck" in 10%iger Lösung.
Äthyläther 0,720 z. Anal. "Merck".

Eisenvergleichslösung:

0,0863 g Eisensulfat (Ferri) z. Anal. "Merck" werden in Wasser gelöst. Die Lösung wird mit etwas Schwefelsäure 1,84 (mindestens 96%) z. Anal. "Merck" versetzt und in einem Messzylinder zu 1 Liter aufgefüllt.
1 ccm dieser Lösung entspricht 0,011 mg Fe.

B) Prüfung auf Mangan.

100 ccm Wasser werden in einem Erlenmeyerkolben mit 1 ccm Salpetersäure (1,4) und soviel Silbernitratlösung versetzt, bis die eingetretene Trübung nicht mehr stärker wird. Man kocht bis zum Zusammenballen des ausgeschiedenen Silberchlorids, setzt 0,5-1,0 g Kaliumpersulfat zu und kocht weiter, bis die Flüssigkeit klar geworden ist. Violettfärbung der Lösung lässt auf Anwesenheit von Mangan schließen.

Reagenzien:

Salpetersäure 1,40 (mindestens 65%) z. Anal. "Merck".
Silbernitrat z. Anal. "Merck" in 10%iger Lösung.
Kaliumpersulfat z. Anal. "Merck".

m) Bestimmung der Natronzahl.

100 ccm Kesselspeisewasser werden in einem Erlenmeyerkolben

79)

nach Zusatz von 2 Tropfen Phenolphthaleinlösung tropfenweise mit n/10 Salzsäure bis zur Entfärbung der Lösung titriert (p ccm). Hierauf versetzt man die Lösung mit 1-2 Tropfen Methylorangelösung und titriert mit n/10 Salzsäure weiter, bis die Farbe in Orange umschlägt (m ccm). p ist der Phenolphthaleinwert, m = p + n ist der Methylorangewert.

Berechnung:

$$\text{Natronzahl} = \text{Ätznatron mg/l} + \frac{\text{Soda}}{4,5} \text{ mg/l.}$$

$$\text{Ätznatron} = (2p - m) 40 \text{ mg/l}$$

$$\text{Soda} = (m - p) 106 \text{ mg/l.}$$

4,5 ist ein generierter Faktor.

Bemerkung:

Man kann bei eingedickten Kesselwässern anstelle von 100ccm auch nur 10 ccm verwenden, muss aber dann die verbrauchten ccm n/10 Salzsäure jeweils mit 10 multiplizieren, um die p- und m-Werte zu erhalten.

Aus den p- und m-Werten ermittelt man nach den folgenden Formeln den Gehalt an Ätznatron und Soda.

2p grösser als m

$$\begin{aligned} \text{Ätznatron mg/l} &= (2p - m) 40 \\ \text{Soda mg/l} &= (m - p) 106 \end{aligned}$$

2p = m

$$\begin{aligned} \text{Ätznatron mg/l} &= 0 \\ \text{Soda mg/l} &= p \times 106 \end{aligned}$$

2p kleiner als m

$$\begin{aligned} \text{Ätznatron mg/l} &= 0 \\ \text{Soda mg/l} &= p \times 106 \end{aligned}$$

$$\text{Natriumbikarbonat mg/l} = (m - 2p) 84$$

Reagenzien:

n /10 Salzsäure "Merck".
Phenolphthalein-Lösung 1%ig "Merck".
Methylorange-Lösung 0,1%ig "Merck".

n) Bestimmung des gelösten Sauerstoffs.

Probeentnahme.

Zur Entnahme sind vollkommen reine, mit dem zu untersuchenden Wasser wiederholt (mindestens dreimal) vorgespülte Glasflaschen nach Finkler zu verwenden. Man lässt zunächst mindestens 10 Minuten lang das Wasser ablaufen. Hierauf füllt man die Flasche durch Einführen des Schlauches bis auf den Boden derselben und lässt nunmehr noch so lange weiterlaufen, bis der Inhalt der Flasche durch Überlaufen sich mindestens dreimal erneuert hat. Sodann ist bei

dauerndem Zulauf des Wassers der Schlauch vorsichtig aus der Flasche zu nehmen, wobei der austretende Wasserstrahl keine Luftblasen in die Probe reissen darf.

Ausführung:

In die nach Vorschrift eingefüllten Wasserproben werden dann sofort mit einer Sauerstoffpipette je 3 ccm jodkaliumhaltige Natronlauge gebracht, wobei man die Lauge in der Nähe des Glasbodens auslaufen lässt. Auf die gleiche Weise werden je 3 ccm Manganchloridlösung zufließen gelassen. Jetzt verschliesst man behutsam die Flasche mit dem Glasstopfen, sichert den Stopfen mit dem Metallbügel und mischt durch häufiges Umschwenken. Man lässt den Niederschlag vor Licht geschützt absitzen und versetzt darauf mit 10 ccm Salzsäure (1,19), indem man die Pipette in etwa halber Flaschenhöhe ausfließen lässt. Hierauf mischt man unter den oben angegebenen Vorsichtsmaßnahmen nochmals gut durch. Sollte sich der Niederschlag nicht ganz gelöst haben, setzt man noch etwas Salzsäure zu. Dann überführt man den Flascheninhalt in einen geräumigen Erlmeyerkolben, gibt zur Lösung 3 ccm Stärkelösung und titriert auf einer weissen Unterlage mit n/100 Natriumthiosulfatlösung bis zur Entfärbung.

Berechnung:

$$\frac{n \times 80}{v} = \text{Sauerstoff mg/l.}$$

n = verbrauchte ccm n/100 Natriumthiosulfatlösung
v = Inhalt der Untersuchungsflasche weniger 6 ccm.

Reagenzien:

Jodkaliumhaltige Natronlauge:
Natronlauge, rein, 1,168-1,172 (mindestens 15%) z. Anal. "Merck" mit einem Zusatz von Kaliumjodid z. Anal. "Merck".
Manganchloridlösung wie Seite 21.
Salzsäure, rauchend, 1,19 (mindestens 37%) z. Anal. "Merck".
n/100 Natriumthiosulfatlösung (n/10 Natriumthiosulfatlösung "Merck", genau 1 + 9 verdünnt).
Stärkelösung wie Seite 5.

o) Bestimmung des Chloridgehaltes.

100 ccm des zu untersuchenden Wassers werden mit einigen Tropfen Kalumbromatlösung versetzt und die Lösung tropfenweise mit n/10 Silbernitratlösung bis zum Farbumschlag in rotbraun titriert (a ccm).

$$1 \text{ ccm n/10 Silbernitratlösung} = 3,546 \text{ mg Chlor.}$$

Berechnung:

$$a \times 3,546 \times 10 = \text{mg Cl/l.}$$

Bemerkungen:

Bei Kesselwasser mit einem hohen Chloridgehalt wendet man entsprechend weniger Wasser zur Titration an. Alkalisches Wasser wird mit verdünnter Schwefelsäure unter Verwendung von Phenolphthaleinlösung neutralisiert.

Reagenzien:

n/10 Silbernitratlösung "Merck".
Kaliumchromat z. Anal. "Merck" in 10%iger Lösung.

p) Phosphatbestimmung.aa) Kolorimetrisch.Apparatur:

Man bedient sich des Kolorimeters nach Ammer, das Vergleichsfarblösungen entsprechend 1, 2, 3, 4 und 5 mg P_2O_5 /Liter und 4 Probierröhrchen enthält, die zum Farbvergleich verwendet werden.

Ausführung:

Ein Probierröhrchen wird mit der klaren, neutralen Wasserprobe bis zur 10-cm-Marke gefüllt und diese mit 4 Tropfen Sulfomolybdänlösung versetzt. Hierauf wird ein Streifen Zinnfolie zugegeben, kräftig geschüttelt und 10 Minuten lang stehen gelassen. Nach Entfernung der Zinnfolie vergleicht man die Blaufärbung mit den Vergleichsfarblösungen. Bei Anwesenheit von mehr Phosphat als der stärksten Farblösung entspricht, kann man einen Teil der Untersuchungsflüssigkeit mit destilliertem Wasser verdünnen und zum Farbvergleich benutzen. Bei der Berechnung ist das Verdünnungsverhältnis zu berücksichtigen.

bb) Massanalytisch.

Eine grössere Menge des zu untersuchenden Wassers wird auf ein kleines Volumen eingedampft und die Restflüssigkeit mit 2 ccm Salpetersäure (1,4) und 30 ccm Ammoniumnitratlösung versetzt. Hierauf wird die Lösung auf 75° C erwärmt und 30 ccm 35° C warmer Molybdänsäurelösung zugesetzt. Nach gutem Schütteln lässt man 12 Stunden lang stehen. Hierauf wird der Niederschlag abfiltriert, 2-3mal mit 0,1%iger Kaliumnitratlösung ausgewaschen und dann in 20 ccm Ammoniak (0,91) gelöst. Die Lösung wird mit Salpetersäure (1,4) angesäuert und die Phosphorsäure, wie oben gefällt. Der Niederschlag wird mit 0,1%iger Kaliumnitratlösung neutral gewaschen und dann samt dem Filter in einem Becherglas mit einer gemessenen Menge n/10 Natronlauge (2 ccm) gerührt, bis er sich vollkommen gelöst hat. Nach Zusatz von 2 Tropfen Phenolphthaleinlösung wird mit n/10 Schwefelsäure

(b com) bis zur Entfärbung titriert.

1 ccm n/10 Natronlauge = 0,0001348 g P.

Berechnung:

$$\frac{(a - b) \times 0,01348}{\text{Einwaage}} = \% P.$$

Einwaage

Reagenzien:

Salpetersäure 1,40 (mindestens 65%) z. Anal. "Merck".
 Ammoniumnitrat z. Anal. "Merck" in 34%iger Lösung.
 Molybdänsäurelösung nach Fresenius z. Anal. "Merck".
 Kaliumnitrat z. Anal. "Merck" in 0,1%iger Lösung.
 Ammoniaklösung 0,910 = 24° Bé (mindestens 25%) z. Anal. "Merck".
 n/10 Natronlauge "Merck".
 n/10 Schwefelsäure "Merck".
 Phenolphthalein-Lösung 1%ig "Merck".

2. Rückkühl- und Abwässer.

a) p_H-Wert im Generatorkreislauf.

wird noch ausgearbeitet.

b) Bestimmung des Schwefelgehaltes im Generatorkreislauf

aa) Schwefelwasserstoff.

Eine genau abgemessene Menge des zu untersuchenden Wassers wird in einem Kochkolben mit Salzsäure (1,19) angesäuert und der Kolben an ein Zehnkugelrohr angeschlossen, das mit essigsaurer ~~Kadmiumacetat~~ Lösung beschickt ist. Unter Durchleiten eines indifferenten Gasstromes wird der Kolbeninhalt zum Sieden erhitzt. Ist die Sulfidabscheidung im Zehnkugelrohr beendet, so wird das Kadmiumsulfid abfiltriert und mit dem Niederschlag nach Seite 20 weiterverfahren.

1 ccm n/10 Jodlösung = 1,7 mg H₂S.

Berechnung:

$$\frac{\text{Verbr. ccm n/10 Jod-Lsg.} \times 1,7}{\text{Gemessene Wassermenge in Ltr.}} = \text{mg H}_2\text{S/Ltr.}$$

Gemessene Wassermenge in Ltr.

Reagenzien:

Salzsäure, rauchend, 1,19 (mindestens 37%) z. Anal. "Merck".
 Siehe auch Seite 20.

Bemerkung:

Bei der Probenahme schwefelwasserstoffhaltiger Abwässer muss man vorsichtig verfahren. Man kühlt am besten die Probe sofort ab, da sonst leicht H₂S-Verluste eintreten können.

bb) Gesamtschwefel.

Eine genau gemessene Menge des zu untersuchenden Wassers, die sich nach dem Schwefelgehalt richtet, wird mit Perhydrol und Natronlauge versetzt und einige Zeit gekocht. Hierauf säuert man mit Salzsäure (1,12) an, kocht weiter, um das überschüssige Wasserstoffsuperoxyd zu zerstören und behandelt dann die Lösung zur Fällung des Bariumsulfats nach Seite 3 weiter.

Auswaage: BaSO_4 .

Berechnung:

Auswaage $\times 0,1373$

= mg S/Ltr.

Gemessene Wassermenge in Ltr.

S (32,06) : BaSO_4 (233,42) = 0,1373

Reagenzien:

Perhydrol z. Anal. "Merck".

Natronlauge rein 1,168-1,172 (mindestens 15%) z. Anal. "Merck"

Salzsäure 1,124-1,126 (mindestens 25%) z. Anal. "Merck".

Siehe auch Seite 3.

c) Säurezahl im Kühlkreislauf der Kondensation.

Wird noch ausgearbeitet.

d) Eisen- und Aluminiumbestimmung im Kühlkreislauf der Kondensation.

1 Liter der Wasserprobe wird mit einigen Tropfen Salpetersäure (1,4) zum Sieden erhitzt. Die siedende Lösung wird mit Ammoniak (0,91) in kleinem Überschuss versetzt und der Niederschlag von Eisen- und Aluminiumhydroxyd zunächst durch Dekantation, dann am Filter mit heissem Wasser gewaschen. Man löst die Hydroxyde mit wenig heisser Salzsäure (1,12) vom Filter und versetzt die salzsäure Lösung nun mit reiner Natronlauge (1:2) im Überschuss.

Nach Filtration wird der Filtrerrückstand in Salzsäure (1,12) gelöst und das Eisen nochmals mit Ammoniak gefällt. Der Niederschlag wird mit heissem Wasser ausgewaschen; Filter mit Rückstand ~~werden~~ nass verascht und bis zur Gewichtskonstanz geglüht.

Auswaage: Fe_2O_3 .

Das alkalische Filtrat der Eisenfällung wird mit Salzsäure (1,12) angesäuert, mit 2 g Ammoniumchlorid versetzt und das Aluminium mit Ammoniaklösung (0,31) gefällt. Man filtriert den Niederschlag ab, wäscht ihn mit heissem Wasser gut aus, trocknet, verascht, und glüht bis zur Gewichtskonstanz.

Auswaage: Al_2O_3 .

Berechnung:

Auswaage = mg Fe_2O_3 bzw. Al_2O_3 /Ltr.

Reagenzien:

Salpetersäure 1,40 (mindestens 65%) z. Anal. "Merck".

Ammoniaklösung 0,910 = 24° Bé (mindestens 25%) z. Anal. "Merck".

Salzsäure 1,124-1,126 (mindestens 25%) z. Anal. "Merck".

Ammoniumchlorid z. Anal. "Merck".

Natronlauge (1:2) (Natriumhydroxyd reiner, Plättchenform, z. Anal. "Merck").

e) Gas- und Benzolbestimmung im Rückkühlwasserkreislauf.

wird noch ausgearbeitet.

f) Bestimmung des Ölgehaltes im Abwasser.

aa) Qualitative Prüfung.

Man wirft ein Stückchen Kampfer auf das zu untersuchende Wasser. Bei Anwesenheit selbst der geringsten Spur Öl bleibt das Stückchen Kampfer auf dem Wasser liegen. Ist das Wasser dagegen frei von Öl, so gerät das Kampferstückchen in lebhaft kreisende Bewegung.

Reagens:

Kampfer, synthetisch, gepulvert "Merck".

bb) Quantitative Bestimmung.

α) Extraktion mit Äther.

1 Liter der zu untersuchenden Wasserprobe wird in einem geräumigen Scheidetrichter 3-4mal ausgeäthert. Die vereinigten Ätherauszüge werden mit Kaliumchlorid getrocknet. Das Lösungsmittel wird dann aus einem gewogenen Kölbchen abdestilliert und der Rückstand mehrere Stunden bei 50°C getrocknet und dann gewogen.

Berechnung:

Auswaage = mg Öl/Ltr.

Reagenzien:

Äthyläther 0,720 z. Anal. "Merck".
Kalziumchlorid trocken, mittelkörnig, z. Anal. "Merck".

B) Fällung mit Eisenchlorid.

5 Liter der Wasserprobe werden mit 5 ccm einer 5%igen Eisenchloridlösung versetzt und das Eisen mit Ammoniaklösung (0,91) im kleinen Überschuß gefällt, wobei die Ölteilchen vom Eisenhydroxyd eingeschlossen werden. Man wäscht den Niederschlag vorsichtig auf einem Filter aus und trocknet Filter mit Rückstand bei 50-70° C im Trockenschrank. Filter und Niederschlag werden dann nach der unter α) angegebenen Vorschrift mit Äther ausgezogen und das Öl bestimmt.

Berechnung:

Auswaage = mg Öl/Ltr.

Reagenzien:

Eisenchlorid z. Anal. "Merck" in 5%iger Lösung.
Ammoniaklösung 0,910 = 24° Bé (mindestens 25%) z. Anal. "Merck".
Siehe auch Seite 84.

Bag Target

2733 U/4.11

Experimental - General

Bag 2733 - 16

Target = 30/4.11

Böttrop, den 23. Juni 1942

Bag Target
2733 - U/4.11

Aktennotiz!

Betrifft: Korrosionsversuche mit Mittelöl und Phenolen.

Um die Ursache der bei der Acetoxylgewinnung in Bau 15 beobachteten Korrosionen einer Mithrasgüte näher zu bringen, wurden einige Modellversuche mit Mittelöl und Phenolen im Autoklav durchgeführt.

Dazu wurde zunächst der aus Legierung Stahl bestehende Rührer des Autoklavs durch einen solchen aus Eisen ersetzt. Dieser Rührer wurde getaucht auf sein Verhalten gegenüber Mittelöl, Phenol und Aceton bei Temperaturen von 40° und den sich dabei bildenden Produkten. Nach jedem Versuch wurde festgestellt, ob und wie groß der Gewichtsvorlust des Rührers war.

Einige Versuche wurden zur Feststellung der Wasserstoffleitfähigkeit verschiedener Legierungen durchgeführt, dies auf dem gleichen Weg wie bei den oben erwähnten Versuchen. Die Ergebnisse sind ebenfalls angebracht worden. Mit der oben erwähnten Rührer wurden in diesem Versuch mit den oben genannten Substanzen als korrolierend erkannten Medien unter den gleichen Bedingungen zusammengebracht. Es wurden dabei Schwefelwasserstoff, H_2 , H_2O , H_2O_2 und H_2 verwendet.

Bei allen derartigen Modellversuchen hatten sich erhaltenen Ergebnisse nachgewiesen gewisse Ähnlichkeiten, die die in den oben erwähnten Versuchen hinsichtlich der Natur, der Wirkung und der Produkte nicht zum Betreff beizubehalten. Neben der oben erwähnten Wasserstoffleitfähigkeit sind die oben erwähnten Ergebnisse durch die Bildung des Rührers mit diesen Substanzen nicht beobachtet werden konnte, waren die oben erwähnten, die oben erwähnten und die oben erwähnten, von denen auszuweichen ist, dass ihr Verhalten den in Bau 15 beobachteten, korrosionsprodukten entsprechen würde. Innerhalb glauben wir aber doch, auf diesen einige Tatsachen liegen nicht zu haben, die für die weitere Entwicklung des Problems von Nutzen sind.

Nach die oben erwähnten Korrosionsversuchen der Autoklaven bei den einzelnen Versuchen aus ungenügenden Gründen starken Schwankungen unterliegen, haben wir festgestellt: (siehe Tabelle)

Versuche mit dem Eisenrührer.

1. Eine Mischung von 1:1 mit einem normalen Mischgewicht von 1:1 - 1:1 bildet bei Temperaturen um 40° und den sich dabei bildenden Produkten keine Korrosionen nicht statt. Folgenden

wurde keine Gewichtszunahme des eisernen Rührers festgestellt, wenn dem Mittelteil 1 1/2 % Treiböl und 1 % Carbolaturo zur Erhaltung des Phenolgehaltes zugesetzt wurden.

2. Ein Zusatz von Ammoniak zu Mittelteil ergibt unter den Versuchsbedingungen ebenfalls keinen Angriff auf den eisernen Rührer.

3. Dagegen haben wir festgestellt, dass ein Zusatz von Ammoniakwasser zu dem Mittelteil 1 1/2 einen Angriff auf das Material mit sich bringt.

4. Inverschiedenartigerweise wurde festgestellt, dass bei der Verwendung von unedlen in Bau 86 genommenen wasserhaltigen Metallen, sei es ohne irgend welche Zusätze, sei es in Gemisch mit Mittelteil 1 1/2 bzw. Ammoniakwasser, ein Angriff auf den Rührer stattfindet.

5. Versuche mit dem Metallteil der Vorkontrollierern und dem Rein-Willert ergaben infolge einer beobachteten lockartigen Verformung des Willerts keine Korrosionen, so die die Beförderung dieser Metallteile bewirkende Versuche bei unseren Versuchen nicht stattfindet.

6. Bei einem Zusatz von Ammoniak zu dem Mittelteil 1 1/2 tritt ebenfalls eine nicht starke Korrosion des Metalls ein, die nach Zusatz der 10 % Neutralisation des Ammoniakwassers vollständig wieder verschwindet.

11. Versuche mit Metallen aus Eisen und anderen Metallen.

1. Mit Ammoniak versetztes Mittelteil ergab bei 20 bis 30 Grad Celsius bei 100 Umdrehungen pro Minute aus Eisen, Kupfer, Zinn und Zink verschiedene starke Korrosionen, die bei Zusatz von Soda vollständig zurückgehen. Hinsichtlich der 20 bis 30 Umdrehungen pro Minute sind die vorhandenen Eisen- und Zinkmaterialien an erster Stelle.

2. Bei den Versuchen mit Metallen aus Bau 86 sind 5 Versuchsreihen durchgeführt worden, die sich hinsichtlich der Korrosionen so beobachten, wie sie sich bei mittlerem Wassergehalt sind. Es scheint so, dass Ammoniakwasser die Ursache der Korrosion ist, die bei diesen Versuchen auftritt. Andererseits glauben wir aber auch nachgewiesen zu haben, dass ein gewisser Wassergehalt für das Auftreten von diesen Korrosionen ebenfalls erforderlich ist. Auch bei diesen Versuchen steht hinsichtlich der Güte des Grund der produzierten Gewichtszunahme des Materialteil an erst 1. Stelle. Das Material 86 ist in verschiedenen Richtungen verteilt. Es ist nicht selten, dass ein Materialteil eine stärkere Korrosion erleidet, als ein anderer Materialteil ohne stärkere Korrosion, die sich ebenfalls beobachten wird durch Aufbruch der oberflächlichen Schicht aus Zink.

Eine Verwitterung von verzinkten Nylonschichten hat daher keinen besonderen Erfolg.

3. Bei Versuchen zur Verhinderung der Phosphorkorrosionen durch Zugabe von gewissen Mengen Soda wurden wesentlich geringere Angriffe festgestellt.

Zusammenfassend kann festgehalten werden, dass es möglich ist, dass die an Nr. 15 beobachteten Korrosionen von Natrium herühren, die allerdings unserer Meinung nach nur in Gegenwart gewisser Mengen Wasser korrosiv wirken.

Sollte man von der Möglichkeit von Ammoniumsulfid-Korrosionen absieht, kann angenommen werden, dass die Phosphor-Extraktion zusammen mit den gebildeten Natriumsulfid-Vorwärtungskorrosionen in gewissen Temperaturbereichen hervortreten. Dieser Vorgang schließt nicht aus, dass entsprechende Korrosionen an der Luftkammer 12 vorher nicht beobachtet wurden.

Angaben über die Korrosion mit Natrium finden sich im übrigen bereits in den Arbeiten von Felix Pascher aus dem Jahre 1917 (siehe "Gesammelte Abhandlungen zur Chemie der Jahre 1917"). Dort wird nach dem Hingewiesen, dass besonders bei höheren Temperaturen eine deutliche Korrosion der Soda bei gewissen Bestandteilen von hochtemperaturbeständigen Metallen, allerdings unter den Bedingungen, unter denen derartige Korrosionen stattfinden, dass sie nicht weiter verfolgt werden.

Wiederholend der verwendeten Legierung stellt zur Verhinderung bzw. Vermeidung derartigen Angriffs, scheint von den hier gegebenen Bedingungen ein Gehalt von 10 Vol.-% und 15 Vol.-% zu sein.

Dr. H. G. ...
Dr. H. G. ...
Dr. H. G. ...
Dr. H. G. ...

**Korrosionsversuche im Rührautoklav
mit Eisenrührer (armiert mit Schellen aus verschiedenen Legierungen)**

Nr.	Öl	Zusätze	Temperatur °C	Enddruck atü	Reaktionszeit Stunden	Verhalten des Rührers bzw. der aufgesetzten Schellen Gewichtsabnahme in %.	
1	P 102 (3,2 % Phenol enth.)		400°C	71	30	keine Gewichtsabnahme	
2	P 102 (3,5 % Phenol enth.)		400°C	121	59	" "	
3	P 102 (3,2 % Phenol enth.)	10% Kresol + 10% Carbonsäure	400°C	71	22	" "	
4	P 102 (3,2 % Phenol enth.)	10% Kresol + 10% Carbonsäure	400°C	85	67	" "	
7	P 102 (3,2 % Phenol enth.)	5 % NH ₃ -Wasser	400°C	102	24	Gewichtsabnahme des Rührers 0,38 %	
9	P 102 (3,2 % Phenol enth.)	5 % H ₂ O	400°C	130	24	keine Gewichtsabnahme	
10	P 102 (3,2 % Phenol enth.)	NH ₃	400°C	120	34	Gewichtsabnahme des Rührers 0,54 %	
12	P 102 (3,2 % Phenol enth.)	0,2 % NH ₃ -Wasser	400°C	112	24	keine Gewichtsabnahme	
8	Phenol St. 86		400°C	211	24	Gewichtsabnahme des Rührers 0,50 %	
11	Phenol St. 86		300°C	70	24	" "	
13	P 102	0,2 % NH ₃ -Wasser + 7 % Phenol St.86	400°C	131	24	" "	
17	Phenol St. 86	0,2 % NH ₃ -Wasser	400°C	266	24	" "	
16	P 102	20 % Phenol St. 86	400°C	140	24	" "	
14	Destillat der Vorkonzentrierung St.15		400°C	90	24	keine Gewichtsabnahme wegen leichter Verkrustung des Rührers	
15	Reinfiltrat St. 15 13.4.42		400°C	140	24	keine Gewichtsabnahme wegen starker Verkrustung des Rührers	
18	P 102 (3,5 % Phenol enth.)	1 % NH ₄ Cl 400°C	400°C	122	24	Gewichtsabnahme des Rührers 2,16 %	
20	P 102 (3,5 % Phenol enth.)	3,5 % NH ₄ Cl 350°C	400°C	20	24	" "	
21	P 102 (3,5 % Phenol enth.)	0,5 % NH ₄ Cl + 0,5 % Na ₂ CO ₃	400°C	283	24	keine Gewichtsabnahme	
19	P 102 (3,5 % Phenol enth.)	0,5 % NH ₄ Cl + 0,5 % Na ₂ CO ₃	400°C	22	24	" "	
22	P 102 (3,5 % Phenol enth.)	2,5 % NH ₄ Cl	400°C	152	36	Fe - Schelle	4,73 %
						N5 - Schelle	0,014 %
						V2A-Schelle	0,84 %
30	P 102 (3,5 % Phenol enth.)	2,5 % NH ₄ Cl + 0,1 % H ₂ O	400°C	44	85	Fe - Schelle	5,130 %
						V2A - " "	0,095 %
						N5 - " "	0,0073 %
						N8 - " "	0,1567 %
						verzinkt	0,6170 %
23	P 102 (3,5 % Phenol enth.)	2,5 % NH ₄ Cl + Na ₂ CO ₃	400°C	45	36	Fe - Schelle	0,61 %
						N5 - Schelle	0,027 %
						V2A - Schelle	0,039 %
25	Phenol St. 86	3,2 % H ₂ O	400°C	23	50	V2A - Schelle	0,076 % Abnahme
						Fe - Schelle	9,0810 % " ?
						N5 - Schelle	0,8089 % Zunahme ?
						N8 - Schelle	0,0883 % Abnahme
						verzinkt	0,0639 % "
24	Phenol St. 86		400°C	171	12	Fe - Schelle	0,52 %
						N5 - Schelle	0,009 %
						V2A - Schelle	0,046 %
26	Phenol St. 86	27,5 % H ₂ O	400°C	128	7	V2A - Schelle	0,051 %
						Fe - Schelle	0,10 %
						N5 - Schelle	0,018 %
						N8 - Schelle	0,16 %
27	Phenol St. 86	20,2 % H ₂ O	400°C	125	85	V2A - Schelle	0,071 %
						Fe - Schelle	0,347 %
						N5 - Schelle	0,018 %
						N8 - Schelle	0,246 %
29	Phenol St. 86	Kresol techn. 0,6 % Mischung enth. ca. 2 - 3 % H ₂ O	400°C	90	65	V2A-Schelle	0,060 %
						Fe - Schelle	0,540 %
						N5 - Schelle	0,026 %
						N8 - Schelle	0,103 %
						verzinkt	0,137 %
32	Phenol St. 86	13 % H ₂ O + 2,5 % Na ₂ CO ₃	400°C	162	64	V2A-Schelle	0,028 %
						Fe - Schelle	0,095 %
						N5 - Schelle	0,004 %
						N8 - Schelle	0,645 %
						verzinkt	0,081 %

Boitrop, den 1. Mai 1942

Bag Target

Aktennotiz 2733 - O/4.11

Betrifft: Bestimmung der Explosionsfähigkeit von Öl-Luftgemischen
und deren Verhinderung durch Zusatz von inerten Gasen.

Zur Klärung der Frage der Explosionsfähigkeit von Öl-Luftgemischen wurde eine Versuchsreihe an einigen Produkten durchgeführt, die Aufklärung ergeben sollte, unter welchen Bedingungen insbes. die schwereren Öle zur Explosion bei Bildung eines Öl-Luftgemisches durch Vergasung in einem Luftstrom gebracht werden können.

Weiterhin sollte festgestellt werden, unter welchen Bedingungen diese Explosionen durch Zusatz inerten Gasen, wie Kohlensäure und Stickstoff, verhindert werden können.

Dazu wurde eine Apparatur aufgestellt, die auf folgendem Prinzip beruht:

Durch einen Kolben, der mit dem zu untersuchenden Öl zur Hälfte gefüllt war, wurde ein konstanter Luftstrom von 20 l/h geleitet und dadurch bei verschiedenen Temperaturen entsprechend dem Dampfdruck des Öles mit Dämpfen beladen. Das so entstandene Gemisch wurde in einem schwer schmelzbaren heizbaren Glasrohr durch eine Funkenstrecke zur Explosion gebracht. Es war dadurch einmal möglich, den Gasstrom, zum zweiten die Öltemperatur (und damit die Beladungshöhe des Gemisches) und zum dritten die Temperatur des mit der Funkenstrecke ausgestatteten Reaktionsraumes zu variieren. Auf diese Weise gelang es sämtliche Bedingungen, unter denen Explosionen stattfinden können, festzulegen. Zur Prüfung gelangte Mittelöl, Heizöl und Pechdestillat.

I. Mittelöl.

Bei dem immer konstant gehaltenen Luftstrom von 20 l/h wurde eine explosionsfähige Beladung des Gases mit dem Mittelöl erreicht bei einer Temperatur des Öles von 120 - 180°. Weder bei tieferen noch bei höheren Temperaturen war eine Explosionsfähigkeit des entstandenen Gemisches festzustellen. Daraus ergibt sich nach eigenen Messungen als Explosionsgrenze für Mittelöl-Luftgemische eine Beladung von 90 - 126g Öl/m³ Luft oder bei Annahme eines mittleren Mol.-Gewichtes⁺ von 150 ein Prozentsatz von ca. 1,5 - 1,9 Vol.-% Öl im explosionsfähigen Gemisch. Das dem Dampfdruck des Mittelöles entsprechend mit einer bestimmten Ölmenge beladene Öl-Luftgemisch wurde in den Reaktionsraum geleitet bei abwechselnd kontinuierlich und diskontinuierlich eingeschalteter Funkenstrecke. Es traten Explosionen ein bei einer Temperatur des Reaktionsraumes von mindestens 180°. Unterhalb 180° waren unter keinen Bedingungen Explosionen zu erreichen, während oberhalb 180° bei jeder Temperatur eine Explosion mit Leichtigkeit eintrat. Versuche zur Verhinderung der unter den erkannten Bedingungen stattfindenden Explosionen wurden durchgeführt durch Zusatz von Kohlensäure und Stickstoff.

Bei Kohlensäure ergab sich, dass ein Zusatz von 20 %, bezogen auf das gesamte Luft-Kohlensäuregemisch, (d.h. 5 l Kohlensäure auf 20 l Luft) bereits genügt, um eine Explosion zu verhindern.

⁺ Mol.-Gew. nach einer Aktennotiz von Herrn Dr. Ibing vom 4.6.1938.

Bei Zusatz von Stickstoff zu den in gleicher Weise zugeführten 20 l Luft wurden wesentlich grössere Mengen benötigt. Erst 20 l Stickstoff genügte, um eine Explosion zu verhindern. Mithin ist bei Stickstoff ein Verhältnis von 1 : 1 erforderlich, d.h. der Luftsauerstoff muss von 20 % auf ungefähr 10 % verdünnt werden.

II. Mittelöl + 10 % Benzin.

Ein weiterer Versuch wurde mit dem gleichen Mittelöl durchgeführt, dem 10 % Welheim-Benzin zugefügt worden waren. Es ergab sich, dass die Mindesttemperatur des Öles zur Erzeugung des explosionsfähigen Gemisches bei 70° lag und erst mit dem Siedebeginn dieses Gemisches überschritten wurde. Danach wurde die Beladungshöhe des explosionsfähigen Gemisches zwischen 320 und 590 g/m³ Luft gefunden. Unter Annahme eines mittleren Mol.-Gew. des vorzugsweise bei den benötigten Temperaturen verdampfenden Benzins von 110 ergaben sich 6,5 - 12 Vol.-% Brennbare im Gemisch. Die Temperatur des Reaktionsraumes war ebenfalls wie im Versuch I mindestens 180°. Zur Verhinderung der Explosion wurde 25 % Kohlensäure benötigt.

III. Heizöl.

Der Versuch mit Heizöl wurde in der gleichen Weise durchgeführt. Die Temperatur des Öles, die zur Sättigung der Luft entsprechend dem Dampfdruck des Heizöles nötig war, lag zwischen 280° und dem Siedebeginn des Heizöles, d.h. es waren 100 - 150 g Öl/m³ Luft zur Explosion nötig. Ungerechnet ergaben sich daraus, bei Annahme eines mittleren Mol.-Gew. des Heizöles von 220, ca. 1,0 - 1,5 Vol.-% Öldampf im Gemisch. Explosionen im Reaktionsraum traten ebenfalls erst bei Temperaturen um und oberhalb 180° ein. Zur Verhinderung der Explosion wurden 35 % Kohlensäure, bezogen auf die zugefügte Luft, benötigt. Bei Stickstoff wurden Explosionen verhindert, bei Zusatz der gleichen Menge Stickstoff wie Luft zu dem Gasgemisch, d.h. es war ein Verhältnis von 1 : 1 nötig, bzw. der Sauerstoff musste auch hier auf 10 % verdünnt werden.

IV. Pechdestillat.

Die in gleicher Weise durchgeführten Versuche ergaben: Die benötigte Öltemperatur war 130 - 170°, d.h. es waren ca. 45 - 100 g Öl/m³ Luft zur Herstellung explosionsfähiger Gemische erforderlich. Bei Annahme eines mittleren Mol.-Gew. des Pechdestillates von 200 ergaben sich daraus 0,5 - 1,1 Vol.-% Öldampf im Gemisch. Die mindestens erforderliche Temperatur des Reaktionsraumes betrug ebenfalls 180°. Explosionsverhinderungen gelangen bei einem Zusatz von 15 % Kohlensäure zu der zugegebenen Luft.

Zusammenfassend ist aus den Versuchen zu erkennen, dass unterschiedlich bei den einzelnen Ölen bei einem Gehalt von 15 - 35 % Kohlensäure in einem zündfähigen Öl-Luftgemisch keine Explosionen mehr zu beobachten waren. Obwohl derartige Versuche immerhin noch von den spezifischen Verhältnissen der Apparatur und den besonderen Bedingungen der Zündung, des Reaktionsraumes etc. abhängig sind und infolgedessen auch nicht ohne weiteres auf alle möglichen Betriebsbedingungen zu übertragen sind, kann doch wohl angenommen werden, dass bei einem Gehalt oberhalb von ungefähr 35 % Kohlensäure in keinem Falle Explosionen auftreten können. Bei der Verhinderung der Explosionen durch Stickstoff ist eine wesentlich grössere Menge erforderlich. Es scheint notwendig zu sein, dass der Sauerstoffgehalt durch Zugabe von Stickstoff auf höchstens 10 % heruntergedrückt wird.

Dr. H. Dir. Dr. Frese, H. Dr. Thomas, H. Dr. Döring, Labor 38

Explosionsversuche mit verschiedenen Ölen.

Untersuchtes Produkt.	Zu Explosionen benö- tigte Beladung des Gemisches.		Zu Explo- sionen be- nötigte Öltempera- tur °C.	Mindest- erforder- liche Tempera- tur des Reaktions- raumes	Zur Ver- hinderung der Explo- sion er- forderli- che Menge CO ₂ in % bez. auf Gemisch Luft + CO ₂	Zur Ver- hinderung der Explo- sion er- forderli- che Menge N ₂ in % bez. auf Gemisch Luft + N ₂
	g Öl/m ³ Dampf	Vol.-% Öl- dampf				
Mittelöl	90 - 125	1,3-1,9	120 - 130°	180	20	50
Mittelöl + Benzin	320 - 530	0,5-1,2	70°-steht	180	25	-
Reisöl	130 - 150	1 - 1,5	230° - "	180	35	50
Pechdestillat	45 - 100	0,5-1,1	130 - 170°	180	15	-

Bottrop, den 24. April 1942

Bag Target

2733 - 0/4
A k t e n n o t i z

Betrifft: Versuche zur Austreibung von Lösungsmittel aus feuchter Restkohle mit und ohne Zusatz von Wasserdampf.

Bei der vorliegenden Untersuchung sollte geprüft werden, ob unter Laboratoriumsbedingungen der Zusatz von Wasserdampf bei dem Austreiben von Lösungsmittel aus feuchter Restkohle eine bemerkenswerte Temperaturerniedrigung bewirkt. Die Versuche wurden durchgeführt im Hinblick auf dadurch gegebene Möglichkeiten zur Temperaturerniedrigung bei der Restkohletrocknung in St. 13 a.

Dazu wurden Restkohle mit einem Gehalt von 35 % Lösungsmittel in einem gasbeheizten Reaktionsrohr bei verschiedenen Temperaturen jeweils 1/2 Std., nach einer Anheizzeit von 30 Min., mit und ohne Zusatz von Wasserdampf behandelt und in der zurückgebliebenen Restkohle eine Lösungsmittelbestimmung vorgenommen. Es wurde der Temperaturbereich von 300 - 450° jeweils in Abständen von 50° untersucht. Es stellte sich heraus, dass der Wasserdampf im wesentlichen bei den tieferen der untersuchten Temperaturen einen merkbaren Einfluss ausübte.

Es wurde z. B. gefunden, dass bei einer Behandlung der 35 % Lösungsmittel enthaltenden Restkohle bei 300° nach 30 Min. Reaktionszeit in einem Falle noch 21, in einem anderen Fall sogar noch 33 % Lösungsmittel vorhanden waren. Nach Zusatz von überhitztem Wasserdampf (120°) wurden unter denselben Bedingungen nach der Reaktionszeit in zwei Fällen 6 %, und in einem dritten Fall bei 60 Min. Reaktionszeit nur noch 2 % Lösungsmittel gefunden.

Bei 350° in gleicher Weise durchgeführte Versuche ergaben ohne Wasserdampf 10 bzw. 11 % Lösungsmittel in der Restkohle, und mit Wasserdampf 4,5 - 5 % und im besten Fall 1 % Lösungsmittel.

Bei 400° verblieben ohne Wasserdampfzusatz noch 1 % Lösungsmittel in der Restkohle, während mit Wasserdampfzusatz nach der Behandlung eine lösungsmittelfreie Restkohle erhalten wurde.

Bei 450° wurde ohne Wasserdampf eine Restkohle mit 0,6 - 0,7 % Lösungsmittel und mit Wasserdampf eine lösungsmittelfreie Restkohle erhalten.

Aus diesen Versuchen erhellt, dass ein Zusatz von Wasserdampf zweifellos eine gewisse Temperaturerniedrigung bei der Lösungsmittelaustreibung ermöglicht, abgesehen davon, dass ein Zusatz von Wasserdampf auch Brand- und Explosionsgefahr herabmindert.

Die Menge des benötigten Wasserdampfes bei den Versuchen entsprach ungefähr dem in der eingesetzten Restkohle vorhandenen Lösungsmittel. Bei einem Ansatz von 200 g Restkohle mit 35 % Lösungsmittel waren also zur Abtreibung des gesamten Öles rd. 70 cm³ Wasser in Dampfform erforderlich. Eine Trennung des Destillates, d. h., des angefallenen Öl-Wassergemisches, ging verhältnismäßig leicht vonstatten, so lange das Destillat nicht durch mitgerissene Kohleteilchen verschmutzt war.

Die folgende Tabelle gibt einen Überblick über die Versuchsergebnisse.

D' dr. Herrn Dir. Dr. Frese, Herrn Dr. Thomas, Herrn Dr. Schmitz
Herrn Dr. Döring, Labor 38

Versuche zur Austreibung von Lösungsmittel aus feuchter Restkohle von
St. 13 a.

Ausgangsprodukt Restkohle St. 13a		Behandlungsart					
g Einw.	% Lsgm.	Dampf- zusatz	Dampf-tem- peratur	Anheiz- zeit Min.	Reaktions- zeit Min.	Reaktions- temperatur °C	% Lsgm. im Rück- stand
200	35	ohne	--	30'	30'	300	33
200	35	ohne	--	30'	30'	300	21
200	35	mit	120	30'	60'	300	2,0
200	35	mit	120	30'	30'	300	6,0
200	35	mit	120	30'	30'	300	6,0
200	35	ohne	--	30'	35'	350	10,0
200	35	ohne	--	30'	30'	350	11,0
200	35	mit	120	30'	30'	350	5,0
200	35	mit	120	30'	30'	350	4,5
200	35	mit	120	30'	30'	350	1,0
200	35	ohne	--	30'	30'	400	1,0
200	35	ohne	--	30'	30'	400	1,0
200	35	mit	120	30'	30'	400	0,0
200	35	mit	120	30'	30'	400	0,0
200	35	ohne	--	30'	30'	450	0,7
200	35	ohne	--	30'	30'	450	0,6
200	35	mit	120	30'	30'	450	0,0

Herrn Direktor Dr. Broche

Die Versuche wurden auf Wunsch
von Herrn Direktor Dr. Winkler
ausgeführt. M.E. ist es richtiger
und wirtschaftlicher Äthylen und
Gasol an sich wie vorgesehen zu
verwenden.

Bottrop-Boy,

den 17.1.40

*Lt. Herr Pirson vom 26.1.40
wurde der letzte Satz von
den 17.1.40. wurde mit Fer
beantwortet. Dr.*

*One of 4 copies*Orientierende Versuche zur Polymerisation vonÄthylen und Gasol (der Lindeanlage)

Target

über dem Kontakt K 157 2733 - O/4.11

Um gegebenenfalls eine Möglichkeit zu haben, die in der Lindeanlage anfallende Äthylenfraktion (ca. 30-40 % C_2H_4) und die Gasolfraction (ca. 20 % C_2H_4) zu hochwertigem Benzin zu verarbeiten, wurden Versuche unternommen, eine Polymerisation der Produkte über K 157 auf drucklosem Wege zu erreichen.

Weiter sollte geprüft werden, ob es gelingt, das Gasol durch Dehydrierung in Äthylen überzuführen.

Die dazu von uns zusammengestellte Apparatur war die folgende:

Das Gas, das in der Lindeanlage in eine Gasflasche unter 16 atü gefüllt worden war, tritt nach dem Passieren einer Druckregulierstation in den elektrisch beheizten 1 Ltr.-Ofen ein, der mit dem Kontakt gefüllt war. Als wirksamen Ofeninhalt kann man mit ca. $\frac{1}{2}$ Ltr. Reaktionsraum rechnen, da der unterste und oberste Teil des Ofens wegen der sich dort einstellenden niedrigeren Temperaturen für die eigentliche Reaktion nicht in Frage kommen. Die Temperaturwerte der Mittelzone werden als Reaktionstemperaturen gemessen. Nach dem Ofen passiert das Gas zwei mit je einem Abscheider-versehene Wasserkühler zur Abscheidung der schwereren Öle. Das gebildete Benzin scheidet sich unter diesen Bedingungen nicht ab, muß vielmehr aus dem Restgas mit Mittelöl in einer Waschvorrichtung herausgeholt werden. Das Verfahren hat sich gut bewährt und scheint auch eine quantitative Gewinnung der gebildeten Benzinkohlenwasserstoffe zu gestatten. Denn aus einem nachgeschalteten A-Kohleturm lassen sich nur bei Zimmertemperatur bereits gasförmige Kohlenwasserstoffe gewinnen, die ja für eine Bilanz flüssiger Kohlenwasserstoffe nicht in Frage kommen. Das Benzin läßt sich durch Destillation ohne Schwierigkeiten gewinnen. Die Gewichtszunahme des Waschnöls beim Sättigen mit Kohlenwasserstoffen ist größenordnungsmäßig gleich dem Gewicht des abzutrennenden Benzins.

1.) Versuche mit der Äthylenfraktion.

Nach Vorversuchen mit 60-%-igem Äthylen aus einer früheren Lieferung gingen wir zu Versuchen mit dem Äthylen aus der Lindeanlage über. Die mittlere Analyse ist folgendes:

CO ₂ %	C ₂ H ₄ %	C ₃ H ₆ %	O ₂ %	CO %	H ₂ %	KW %	N ₂ %
ca. 0,0	35-40	3-5	0,1	1,5-2,0	1-2	45-50	2

Die Reaktion beginnt oberhalb 600° und erreicht ihre günstigsten Werte oberhalb 700° bis hinauf zu 850° C. Der Durchsatz wurde variiert und lag im Mittel bei 100 Ltr./h. Die beifolgende Tabelle 1 gibt einen Überblick über einige Versuche (Dauer der Versuche 6-8 h).

Aus den Versuchsergebnissen läßt sich erkennen, daß die Ölausbeute bei höherer Temperatur steigt. Jedoch ist nicht von vornherein deshalb auf eine größere Benzinausbeute zu schließen (Vergl. Vers. 1 u. 4). Die Ausbeuten lassen sich voraussichtlich bei etwas feineren Versuchsbedingungen vergrößern. Aus dem Verlauf der Selenanalysen und dem Anilinpunkt des entstandenen Benzins ist die stark aromatisierende Wirkung des Kontaktes zu erkennen. Der beobachtete Anfall von Naphtalin bestätigt diese Eigenschaft des K 157. Neben der Bildung eines sehr aromatenreichen Öles und Benzins ist eine starke Cracking der Äthylenfraktion hervorzuheben: Ein Vergleich der in die Apparatur eintretenden und der austretenden Gasmengen zeigt eine Neubildung von durch Spaltung gebildetem Gas an. Eine Gegenüberstellung von Analysen des Eingangs- und Ausgangsgases scheint die Neubildung von Methankohlenwasserstoffen und Wasserstoff zu bestätigen. Z. B. einige Daten:

a) aus den Vorversuchen mit ca. 60 %-igem C₂H₄:

	<u>Eingangsgas</u>		<u>Ausgangsgas</u>	
1.) C ₂ H ₄ :	62,3	%	C ₂ H ₄ :	61,7 %
H ₂ :	0,0	"	H ₂ :	0,8 "
C _n H _{2n+2} :	1,9	"	C _n H _{2n+2} :	19,1 "
2.) C ₂ H ₄ :	61,4	%	C ₂ H ₄ :	59,4 %
H ₂ :	0,0	"	H ₂ :	0,0 "
C _n H _{2n+2} :	2,1	"	C _n H _{2n+2} :	9,4 "

b) aus den Versuchen mit Linde-Äthylen:

	<u>Eingangsgas</u>		<u>Ausgangsgas</u>
3.) C_2H_4 :	36,4 %	C_2H_4 :	37,6 %
H_2 :	1,5 "	H_2 :	<u>15,9</u> ! "
C_nH_{2n+2} :	44,1 "	C_nH_{2n+2} :	39,3 "

Die Spaltrichtung verläuft nicht sehr regelmäßig und schwankt stark mit den Temperaturen und der Belastung des Ofens. Bei Temperaturen um und oberhalb 800° tritt besonders starke Kohlenstoffabscheidung und Verkokung von Polymerisaten ein, sodaß der Ofen nach einiger Zeit zuwächst und abgestellt werden muß. Ein Ausbauen des so in Koks eingebetteten Kontaktes bereitet große Schwierigkeiten, da er außerordentlich festhaftet.

2.) Versuche mit der Gasolfraction
der Lindeanlage.

Die mittlere Analyse des in Bau 57 anfallenden Gasols ergibt folgende Werte:

CO_2	$C_3H_6 + C_2H_4$	O_2	CO	H_2	C_nH_{2n+2}	C-Zahl
%	%	%	%	%	%	
0,0	23 - 28	0,1-0,2	1-2	0,5-2	65 - 75	3,7
spez. Gew.:		2,25 kg/m ³				

Die Polymerisationsversuche wurden unter den gleichen Bedingungen wie bei der Äthylenfraction durchgeführt. Erwartungsgemäß wurden analoge Resultate erhalten. Auch hier besteht bei Temperaturen oberhalb 800° Neigung zur Verkokung. Eine Zusammenstellung der Resultate zeigt die Tabelle 2. Die Ausbeuten sind schlecht.

Es war weiterhin von besonderem Interesse festzustellen, ob es gelingt aus dem Gasöl durch Dehydrierung Äthylene zu gewinnen. Die beiliegende Tabelle 3 gibt einen Überblick über die Reaktionsgase einiger Versuche im Vergleich mit dem Eingangsgas. Den vorläufigen Versuchsdaten zufolge haben wir eine Steigerung des Gehaltes an Äthylen (C_2H_4) feststellen können. Der Gehalt an C_3H_6 scheint sich jedoch nicht wesentlich zu verändern.

Tabelle III

Versuch	Mittl. Temp.	<u>Gaseingang</u>		<u>Gasausgang</u>	
		C_2H_4	C_3H_6	C_2H_4	C_3H_6
17.10.39	590° C	17,2 %	5,8 %	20,1 %	4,9 %
18.10. "	600° C	19,8 "	5,4 "	28,2 "	4,1 "
12.10. "	625° C	17,7 "	2,0 "	28,4 "	2,9 "
13.10. "	625° C	14,1 "	4,1 "	31,8 "	2,8 "
11.10. "	630° C	20,7 "	0,8 "	27,9 "	1,2 "
18.10. "	690° C	19,0 "	2,7 "	23,4 ?	0,0 "
19.10. "	700° C	20,5 "	4,7 "	35,3 "	2,3 "

Leider mußten wir aus Zeitmangel auf die Untersuchung der Äthylenbildung bei höheren Temperaturen (800°) vorläufig verzichten, sodaß über die optimalen Temperaturen der Äthylenbildung noch nichts gesagt werden kann. Diese Versuche sollen zu gegebener Zeit fortgesetzt werden.

Anlagen: 2 Tabellen.

D' dr.: H. Dir. Dr. Bro.
H. Dir. Dr. Win.
H. Dr. Tho.
H. Dr. Dö.

Tabelle I

Polymerisationsversuche von Äthylen

Vers. Nr.	Mittl. Temperaturen			Gas Mengen				Ölbildung		Ausbeute		D $\frac{15}{4}$	S.B.	Benzinuntersuchung										A.P.		
	Ofen Eintritt °C	Ofen Mitte °C	Ofen Austritt °C	Eingang		Ausgang		Schweres Öl	Leichtöl (aus Waschöl)	% Gesamtöl bez. auf Gas	% Benzin			Siedeanalyse												
				Gesamt	Std.-Mittel	Gesamt	Std.-Mittel							12,5	25	37,5	50	62,5	75	87,5	94%					
1	642	700	605	585 g - 504 l	98 g - 84 l	584 l	98 l	3 g	73 g	13,0	12,5	0,879	60	70	75	78	80	83	88	175	200°	< -25° Fr. < 200°				
2	560	750	725	1362 g - 1163 l	228 g - 194 l	-	-	-	55 cm ³ = 50,6 g	3,7	2,94	0,9244	68	5	10	15	25	35	45	55	65	75	85	95	S.B.	A.P.
3	-	775	770	504 g - 431 l	168 g - 144 l	-	-	-	27 g	5,35																< -25°
4	725	800	710	768 g - 657 l	85 g - 73 l	920 l	102 l	36,2 g	121 g	20,5	11,2	0,896	69	81	82	84	85	87	91,5	97	119	193	224	235° 98%	-22,5° Fr. < 200°	

Handwritten signature

Tabelle II

Polymerisationsversuche von Gasol

Vers. Nr.	Mittl. Temperaturen			Eingang		Ausgang		Ölbildung Leichtöl (aus Waschöl) g	Ausbeute		D $\frac{15}{4}$	Öluntersuchung											A.P. < 200°			
	Ofen-Eintritt °C	Ofen-Mitte °C	Ofen-Austritt °C	Gesamt	Std.-Mittel	Gesamt	Std.-Mittel		% Gesamtöl bez. auf Gas	% Bensen		Siedeanalyse														
1	615	700	620	1160 g ~ 515 l	51,5 l	-	-	54	4,65	2,79	ca. 0,930	S.B. 60	5 81	15 92	25 100	35 108	45 130	55 185	65 220					320° 86%	< - 25° C	
2	600	700	630	1350 g ~ 598 l	85,5 l	826 l	118 l	88,1	6,5	4,9	0,913	S.B. 64	5 74	15 90	25 99	35 124	45 163	55 183,5	65 194	75 200						< - 25° C
3	740	720	650	643 g ~ 286 l	95,3 l	-	-	44,7	6,95	5,90	0,878	S.B. 46	5 62	15 74	25 80	35 86	45 91	55 98	65 156	75 190	85 204	95 231	234°		< - 25° C	
4	700	800	700	1130 g ~ 503 l	84 l	680 l	113 l	94,0	8	7,35	0,893	S.B. 49	5 74	15 79	25 81	35 83	45 85,5	55 88	65 94	75 114	85 177			228° 98%	< - 25° C	

Dr. D6/Br.

Liquid Phase
Experimental

Bag 2733 - 17

Target 30/4.11

Heizversuche mit Weizen

Rel. Luftdruck

Summe Spas - Mittel

Betriebsbedingungen und Einsparungsprodukt sollen in Tabelle: 1, 2, 3, 4, 5

Analyse d. Einsparungsprodukt, 20.11.1919

D ₁₅ : 0,006	N.P. < -35°
S.Z. 195°C	C : 89,06%
5% 205,5	H ₂ : 8,48%
25% 215,5	S : 0,725%
45% 225,0	Reichl. 5,23%
65% 241,0	Reichl. 4,04%
85% 260,0	
95% 295,0	

Betriebsbedingungen

Brick 600 cm³
Reichl. Reichl.
Dm. 400
Reichl. 500 h
Reichl. 500 m³

Analyse d. Einsparungsprodukt, 19.11.1919

D ₁₅ : 0,005	N.P. < -35°
S.Z. 200°C	C : 89,58%
5% 211,0	H ₂ : 8,28%
25% 222,0	S : 0,710%
45% 232,0	Reichl. 5,18%
65% 246,0	Reichl. 4,5%
85% 260,0	Reichl. 4,0%
95% 295,0	Reichl. 4,0%

Table 12

Hydratversuche mit kohligen Stempelrose

Abstrich	D _{1/4}	Q.P.	% 100°	% 150°	% 180°	% 200°	Spand	Spand %	P _{max}	Bemerk.			
										1/2	1/3	1/4	1/5
Menthol	0.31	< 25°	40	420	550	700	0.20	0.47					
	0.34	< 25°	300	620	730	840	0.13	0.08					
	0.40	"	230	300	390	470	0.08	0.08	1.03	0.85	1.00	1.00	1.00
	0.45	"	180	480	610	750	-	-	-	-	-	-	-
	0.25	+ 310	690	800	820	-	-	-	-	-	-	-	-
	0.35	+ 350	760	850	-	-	0.04	0.04	1.00	1.00	1.00	1.00	1.00
	0.40	+ 330	710	830	970	-	0.00	0.00	1.00	1.00	1.00	1.00	1.00
	0.58	+ 250	500	870	940	970	0.03	0.03	1.00	1.00	1.00	1.00	1.00
	0.65	+ 240	540	830	910	970	-	-	-	-	-	-	-
	0.85	+ 180	420	730	850	920	0.06	0.06	1.00	1.00	1.00	1.00	1.00
Kassienholz	0.81	+ 45	380	660	800	900	-	-	-	-	-	-	-
	0.91	+ 35	310	620	740	860	-	-	-	-	-	-	-
	1.10	- 20	280	580	700	825	-	-	-	-	-	-	-
	0.75	+ 130	490	750	890	990	0.00	0.00	1.00	1.00	1.00	1.00	1.00
	0.85	+ 70	460	770	930	1020	"	"	"	"	"	"	"
	1.00	- 100	390	700	820	940	0.44	0.44	1.00	1.00	1.00	1.00	1.00
	0.95	+ 110	320	640	780	840	-	-	-	-	-	-	-
	0.70	- 30	270	570	700	800	0.77	0.77	1.00	1.00	1.00	1.00	1.00
	0.33	- 70	870	1000	1050	1100	0.01	0.01	1.00	1.00	1.00	1.00	1.00
	0.42	- 80	960	1080	1140	1200	0.02	0.02	1.00	1.00	1.00	1.00	1.00
Kassienholz	0.50	- 35	440	540	640	740	-	-	-	-	-	-	-
	0.65	- 160	330	440	540	640	0.01	0.01	1.00	1.00	1.00	1.00	1.00
	0.85	- 140	250	360	470	580	0.02	0.02	1.00	1.00	1.00	1.00	1.00
	0.80	< 25°	230	330	440	550	-	-	-	-	-	-	-

E. H. 111

Tab. 8

Hydrierungsversuche mit N-Hexan, Sumpffphase, Mittelöl

Techn. vom 16. Nov. 1939

Kontakt	Belastung cm ² /h	Verdrängung Bz. Hex -200°	Überschiefer						Benzin - 105°						Mittelöl - 105°			Bemerk.	
			U/15 4	A.P.	%-100°	%-150°	%-180°	%-200°	Phenol %	Pyridin %	U/15 4	A.P.	%-100°	M.Z.	H ₂	O ₂ C.F.A. P ₃ M.H.	D.15 4		C.P.
K 144 Repordt mit 2% 1% (als Mittelöl) mit 10% Sumpffphase bei 450°C, 10 Strom	0,30	0,29	0,99	-90	680	920	940	950	0,02	0,06	0,801	-110	328	108	100	1,00			
	0,45	0,42	0,85	-130	550	860	920	940	0,04	0,01									
	0,50	0,47	0,85	-140	550	850	920	940	—	—									
	0,65	0,61	0,84	-150	440	760	860	880	0,04	0,04									
	0,70	0,62	0,82	-180	380	690	810	880	0,04	0,04									
	0,80	0,70	0,85	-180	330	630	800	870	—	—									
	1,50	—	0,86	-150	360	730	850	910	—	—									
	0,45	—	0,85	-140	550	740	810	870	0,01	0,01	0,88	-120	320	110	100	1,00			
K 142 Repordt + 2% 1% als Mittelöl bei 450°C, 10 Strom	0,40	0,28	0,85	<-25	150	430	560	710	0,01	0,01	0,88	<-25	303	155	103	0,58			
	0,50	0,33	0,88	"	90	360	500	650	—	—	0,88	<-25	303	155	103	0,58			
K 140 Repordt mit 10% Sumpffphase bei 450°C, 10 Strom	0,60	0,36	0,89	"	115	375	475	600	0,03	0,03	0,88	<-25	303	155	103	0,58			
	0,50	0,23	0,94	<-25	50	140	200	300	2,00	1,04	0,85	<-25	303	141	104	0,57			
K 136 H. D. S. + Mittelöl 5% Sumpffphase bei 450°C, 10 Strom	0,40	0,30	0,87	<-25	200	480	620	760	0,02	0,02	0,84	<-25	303	155	103	0,58			
	0,50	0,38	0,88	"	140	410	520	670	0,02	0,02	0,84	<-25	303	155	103	0,58			
K 148 H. D. S. + Mittelöl 1% Sumpffphase 5% Sumpffphase bei 450°C, 10 Strom	0,40	0,37	0,80	-80	500	800	880	920	0,03	0,02	0,86	-110	470	112	106	0,57			
	0,45	0,39	0,85	-130	380	690	790	870	0,03	0,03	0,86	-110	470	112	106	0,57			
K 145 f. D. S. + Mittelöl + 0,70% Sumpffphase bei 450°C, 10 Strom	0,30	0,29	0,78	+20	700	910	950	965	0,01	0,01	0,80	-45	515	164	116	0,50			
	0,40	0,38	0,79	-20	630	880	930	960	—	—									
	0,55	0,52	0,80	-70	530	815	900	950	—	—									
	0,60	0,55	0,80	-85	475	745	865	915	0,07	0,03	0,80	-45	515	164	116	0,50			
	0,75	0,67	0,81	-135	395	710	810	890	—	—									
	0,85	0,75	0,85	-160	380	680	795	880	0,02	0,01									
1,00	0,85	0,83	-170	300	615	740	850	—	—										

Tabelle 7

Hysteresversuche mit Nektin Sumpfpflanze-Mittelöl

Reinstoff-Nektin 1937

Abstreifer

Benzin-195°

Reinstoff 195°

Montage	Blasung cm ³ /min/h	Leistung B.-W. -200°	D _{1/5}	C.P.	% 100°	% 150°	% 180°	% 200°	Phenol %	Pyridin %	D _{1/5}	C.P.	% 100	M.Z.	H ₂	C.F.R. Pa. Nektin	D _{1/5}	D _{1/5} (1. P.)	D _{1/5} (2. P.)	D _{1/5} (3. P.)	
																					Reinstoff 195°
M. 136 ADS, Flächen 0,5 Mo 50,2 n	0,40	0,36	0,800	-40	450	760	850	910	0,01	0,01	0,804	-30	433	117	11,80	90,0	0,975				
	0,50	0,45	0,810	-83	400	710	820	900	—	—											
	0,60	0,54	0,813	-110	400	610	810	900	0,01	0,01											
	0,70	0,61	0,823	-120	330	640	760	870	—	—											
	0,80	0,67	0,827	-120	290	580	700	840	0,03	0,05											
	0,90	0,77	0,830	-150	270	570	710	860	—	—											
M. 138 Roherde mit 10% Lev. HF an. versetzt, na 750° 1/2 bepann	0,30	0,27	0,820	<-25°	490	780	860	910	—	—	0,820	<-25°	473	114	10,05	100,5	0,980	<-25	265		
	0,40	0,33	0,845	"	310	620	740	830	0,17	0,12											
	0,30	0,29	0,820	-170	470	790	900	970	0,02	0,01											
	0,50	0,47	0,824	-150	360	690	840	940	—	—											
	0,60	0,50	0,855	<-25	260	600	720	830	0,05	0,07											
	0,65	0,53	0,860	"	250	570	690	810	0,09	0,14	0,838	<-25°	32,8	127	10,61	98,5	0,065	<-25	260		
	0,75	0,59	0,865	"	160	510	650	790	—	—											
M. 144 100,5 Pa. + 12 Mo ab abj. ca 1,5° 2 n (ca 3 min) bei 450° im 1/2 Strom	0,35	0,34	0,785	+20	600	880	930	960	0,01	0,00											
	0,50	0,46	0,796	-13	410	790	870	920	—	—											
	0,55	0,50	0,797	-28	410	780	860	910	0,02	0,01	0,792	-0,2	515	108	11,94	91,5	0,933	<-25	265		
	0,65	0,58	0,808	-10	405	715	820	895	0,02	0,14											
	0,80	0,70	0,815	-11	360	660	780	870	0,02	0,01											
M. 143 100,5 Pa. + 2% Mo ca 3 abj. bei 450° im 1/2 Strom	0,20	0,19	0,800	-110	600	850	920	940	0,03	0,05											
	0,30	0,27	0,812	-150	460	780	870	910	0,01	0,01	0,809	-90	44,2	114	11,74	96,5	0,933	<-25	260		
	0,50	0,43	0,820	-130	330	660	770	860	0,01	0,03											
	0,60	0,51	0,829	-160	300	610	750	820	—	—											
	0,70	0,57	0,838	-170	270	570	720	810	0,02	0,03											
	0,80	0,62	0,845	-175	250	530	660	770	0,15	0,15											

E. HILL

Tabelle 6

Hystereseversuche mit Weisstein-Stempelpresse - Mittelwert

Kontakt	Belastung auf $\frac{1}{2}$ mm ²	Längs B. auf -200°	Abstreifer										Dennin 195					Rechenwert	
			D _{1/5}	Cl.F	% 100°	% 150°	% 180°	% 200°	F _{quol}	F _{norm}	D _{1/5}	Cl.P	% 100°	K.L.	H ₂	C _{1/4} C _{2/3}	D _{1/5}	D _{1/5}	
																			Cl.F
H 131 (Alble-Tonerde)	0.40	0.16	<-25	2.0	15.0	27.0	40.0	0.31	1.87	-	-	-	-	-	-	-	-	-	
H 132 (Alble-Tonerde)	0.45	0.39	+7.0	19.0	50.0	65.0	87.0	0.01	0.01	-	-	-	-	-	-	-	-	-	
H 125 (Trenna-Dünne F 75, 10 aus 200° bis 250° 1/2 Stromstrom)	0.35	0.23	-5.0	60.0	85.0	90.0	92.0	0.01	0.02	-	-	-	-	-	-	-	-	-	
	0.40	0.36	-10.0	38.0	70.0	81.0	89.0	0.01	0.01	-	-	-	-	-	-	-	-	-	
	0.50	0.44	-13.0	34.0	65.0	77.0	87.0	0.01	0.01	-	-	-	-	-	-	-	-	-	
	0.63	0.57	-20.0	26.5	55.5	70.5	81.5	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	
	0.73	0.53	<-25	17.5	47.0	60.5	73.0	0.09	0.04	-	-	-	-	-	-	-	-	-	
	0.65	0.50	"	19.0	51.5	65.0	77.0	0.04	0.03	-	-	-	-	-	-	-	-	-	
H 130 (Trenna-Dünne F 75, 10 aus 200° bis 250° 1/2 Stromstrom)	0.50	0.35	-7.0	15.0	40.0	52.0	70.0	0.05	0.03	-	-	-	-	-	-	-	-	-	
	0.50	0.30	-15.0	11.0	33.0	45.0	60.0	0.12	0.33	-	-	-	-	-	-	-	-	-	
H 134 - 5 J 5, Dünnen 1/2 Stromstrom aus 200° bis 250° 1/2 Stromstrom	0.40	0.36	-24.0	33.0	64.0	82.0	91.0	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	
	0.45	0.37	<-25.0	24.0	58.0	72.0	83.0	0.28	0.20	-	-	-	-	-	-	-	-	-	
	0.55	0.38	"	13.0	43.0	56.0	69.0	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	
	0.00	0.42	"	11.0	43.5	51.5	70.5	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	
	0.40	0.32	<-25°	22.0	53.0	66.0	79.0	0.08	0.09	-	-	-	-	-	-	-	-	-	
	0.45	0.36	"	23.0	55.0	67.0	80.0	0.19	0.14	-	-	-	-	-	-	-	-	-	
H 128 ca. F 75, Dünnen aus 200° bis 250° 1/2 Stromstrom	0.50	0.39	"	22.0	57.0	64.0	77.0	0.10	0.19	-	-	-	-	-	-	-	-	-	
	0.68	0.48	"	12.5	42.0	56.0	70.0	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	
	0.55	0.38	"	10.5	38.5	52.5	68.5	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	
	0.60	0.41	"	10.5	36.5	50.5	68.0	0.28	0.33	-	-	-	-	-	-	-	-	-	
	0.65	0.43	"	10.0	36.0	50.0	66.0	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	
	0.40	0.38	<-25°	54.0	83.0	90.0	95.0	0.04	0.07	-	-	-	-	-	-	-	-	-	
H 127 (Alble-Tonerde) aus 200° bis 250° 1/2 Stromstrom	0.50	0.47	"	46.0	78.0	87.0	93.0	0.01	0.01	-	-	-	-	-	-	-	-	-	
	0.60	0.54	"	40.0	72.0	83.0	90.0	0.08	0.06	-	-	-	-	-	-	-	-	-	
	0.70	0.61	"	31.0	66.0	78.0	87.0	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	
	0.60	0.52	-23.0	28.5	63.0	76.0	86.0	0.02	0.01	-	-	-	-	-	-	-	-	-	
	0.70	0.58	-19.0	24.0	56.0	70.0	83.0	0.04	0.04	-	-	-	-	-	-	-	-	-	
	0.75	0.61	-19.0	21.0	52.0	67.0	82.0	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	

Tabelle 5

Hydrierversuche mit Methylen-Schwefelwasserstoff-Mittelöl

Benzin - 193°

Abstreifer

Kontak	Belastung g/cm ²	Ausgang Bz-200 cm ³ /h	D/15 h	A.P.	Abstreifer			D/15 h	A.P.	H ₂	O ₂					
					%-100	%-150	%-200									
K. 110. Torf, Kohle + 25% 170 als Schmelze bei 500°C + 1% H ₂ Strom 10h	0,40	0,34	0,872	<-25°	37,0	68,0	78,0	84,0	0,36	0,17	0,106	<-25°	20,0	120	10	10
	0,50	0,40	0,876	"	20,0	57,0	70,0	79,0	0,29	0,15						
	0,60	0,49	0,880	"	20,0	54,0	65,0	78,0	1,40	0,10						
K. 105a. Torf, Kohle + 1% H ₂ als Schmelze + 1% H ₂ Strom 10h	0,60	0,54	0,875	-7,5	35,0	66,0	79,0	90,0	0,07	0,10	0,100	± 0,0	43,0	114	12,5	9,5
	0,75	0,63	0,882	-11,5	24,5	58,0	72,0	84,0	0,12	0,13	0,110	-5,0	34,5	100	20,0	10,0
	1,00	0,76	0,847	-21,0	20,0	46,5	60,0	76,0	0,15	0,15	0,115	-7,5	30,5	125	11,5	10,0
	0,85	0,56	0,865	-21,5	11,5	34,0	46,5	64,0	0,17	0,17						
	0,68	0,50	0,140	-15,0	16,2	40,5	55,5	73,5	-	-						
K. 123. Torf, Kohle + 60% 170 als Schmelze bei 500°C + 25% H ₂ Gas, Methanol	0,65	0,49	0,875	-13,5	18,0	45,0	58,0	74,0	0,13	0,14	0,122	-10	53,5	123	11,5	19,5
	0,88	0,62	0,855	-20,0	16,5	45,5	58,5	74,2	-	-						
K. 125. Torf, Kohle + 5% 170 als Schmelze bei 500°C + 1% H ₂ Strom 10h	0,60	0,40	0,870	<-25°	16,0	46,0	61,0	76,0	0,34	0,28	0,119	<-25°	19,0	135	10,0	10,0
	0,50	0,36	0,870	"	7,0	45,0	58,0	75,0	-	-						
	0,60	0,44	0,877	"	10,0	39,0	55,0	73,0	-	-						
K. 110 ca. 10% Kohle + 25% 170 als Schmelze bei 500°C + 1% H ₂ Strom 10h	0,60	0,40	0,887	<-25°	8,0	33,0	50,0	66,0	1,00	0,50	0,889	<-25°	19,7	137	10,68	10,54
	0,50	0,35	0,875	"	10,0	39,0	53,0	70,0	0,10	0,40						
	0,45	0,23	0,905	<-25°	4,5	22,0	34,0	50,0	1,20	1,00	0,160	<-25°	8,0	149	10,37	10,02
K. 112. Hauptkatalysator + 25% H ₂ ca. 50% H ₂ 30% H ₂ 20% H ₂ mit Gasstrom	0,35	0,30	0,860	<-25°	21,0	55,0	70,0	85,0	0,21	0,08	0,106	<-25°	22,0	136	10,14	11,20
	0,50	0,40	0,867	"	20,0	52,5	66,0	80,5	0,24	0,10						
	0,55	0,45	0,866	"	24,0	58,0	70,0	82,0	0,34	0,23						
	0,65	0,47	0,879	"	19,8	50,8	63,3	72,8	0,73	0,46						
	0,75	0,53	0,884	"	17,5	48,5	59,0	70,5	-	-						
K. 127. Südkatalysator 170 als Schmelze bei 450°C + 1% H ₂ Strom	0,45	0,10	0,908	<-25	0,5	4,0	12,0	23,0	3,20	3,80						

← 300°C

205

Hysteresisversuchs mit Nektin - Stempfabase Mittelöl

Benzin 195°

Rechnung 195°

Monat	Reibungs Koeffizient mit 200g	Abstreifer					Benzin 195°				H ₂	C.P.R. P.S. Maß	Rechnung 195°	S. 22		
		η/15 1/4	C.P.	%-100°	%-150°	%-180°	%-200°	Reibung %	η/15 1/4	%-100°					η/15 1/4	
M. 71. 20.10.1922	0,52	0,226	<-25°	3,0	200	320	500	0,50	1,00	—	—	—	—	—	—	2
M. 72. 20.10.1922	0,55	0,234	"	2,5	145	260	440	0,80	1,4	—	—	—	—	—	—	2
M. 73. 20.10.1922	0,55	0,238	"	6,0	250	320	550	0,50	1,00	—	—	—	—	—	—	2
M. 74. 20.10.1922	0,55	0,232	"	0,5	20	50	215	3,50	2,80	—	—	—	—	—	—	2
M. 75. 20.10.1922	0,55	0,222	"	2,0	130	240	400	0,90	1,50	—	—	—	—	—	—	2
M. 76. 20.10.1922	0,55	0,218	"	1,5	65	125	320	1,50	1,40	—	—	—	—	—	—	2
M. 77. 20.10.1922	0,54	0,208	"	1,0	20	50	150	2,50	2,10	—	—	—	—	—	—	2
M. 78. 20.10.1922	0,51	0,213	+345	5,5	115	215	355	0,80	0,80	—	—	—	—	—	—	2
M. 79. 20.10.1922	0,50	0,208	+245	2,2	55	102	225	0,55	0,55	—	—	—	—	—	—	2
M. 80. 20.10.1922	0,45	0,217	+40	2,0	320	465	520	0,80	0,80	—	—	—	—	—	—	6
M. 81. 20.10.1922	0,25	0,19	<-25°	0,5	345	555	755	0,15	0,15	—	—	—	—	—	—	7
M. 82. 20.10.1922	0,35	0,23	"	7,0	325	440	650	0,50	0,50	—	—	—	—	—	—	4
M. 83. 20.10.1922	0,50	0,37	"	4,0	345	490	620	2,20	2,50	—	—	—	—	—	—	2
M. 84. 20.10.1922	0,45	0,18	"	1,0	105	220	410	1,00	0,55	—	—	—	—	—	—	2
M. 85. 20.10.1922	0,50	0,30	"	10,0	420	590	720	0,07	0,09	—	—	—	—	—	—	4
M. 86. 20.10.1922	0,50	0,33	"	6,0	305	455	655	0,90	0,80	—	—	—	—	—	—	2
M. 87. 20.10.1922	0,50	0,30	"	2,5	215	470	590	0,32	0,45	—	—	—	—	—	—	2
M. 88. 20.10.1922	0,50	0,34	"	10,0	370	530	680	0,76	0,65	—	—	—	—	—	—	2
M. 89. 20.10.1922	0,45	0,31	"	8,0	310	550	680	1,00	1,20	—	—	—	—	—	—	2
M. 90. 20.10.1922	0,55	0,32	"	9,0	260	360	530	0,75	0,95	—	—	—	—	—	—	2
M. 91. 20.10.1922	0,55	0,42	"	20,0	490	610	770	0,18	0,25	—	—	—	—	—	—	5
M. 92. 20.10.1922	0,65	0,44	"	15,0	400	530	670	0,20	0,30	—	—	—	—	—	—	3
M. 93. 20.10.1922	0,80	0,46	"	10,0	310	440	580	0,21	0,31	—	—	—	—	—	—	2

Handwritten notes and calculations at the bottom of the page, including a small table with values like 1124, 138, 189, 198, 1124, 1044, 0,062, <-25°, 1155, 990, 0,055, <-25°.

Kontinuum - Datum

Hydrationsversuche mit Wilhelm-Sumpfbasse - Mitteln

Zemin - 4

Obstreifer

Tabelle: 2	Ausgang 30, 40, 50, 60, 70, 80, 90, 100	CLP	Obstreifer			Zemin - 4	Zemin - 4	Zemin - 4
			7-100°	7-150°	7-180°			
1. 20	0,70	<25°	9,5	38,5	52,5	920	16,5	142
2. 30	1,40	-10°	120	410	590	607		
3. 40	2,10	+35°	140	400	560	670	17,5	144
4. 50	2,80	<25°	50	200	330	410	15,5	132
5. 60	3,50	"	400	580	780	860	15,0	128
6. 70	4,20	"	10	70	90	98	15,5	132
7. 80	4,90	+45°	00	20	30	40	15,5	132
8. 90	5,60	<25°	30	100	140	170	15,5	132
9. 100	6,30	"	20	100	140	170	15,5	132
10. 110	7,00	"	20	100	140	170	15,5	132
11. 120	7,70	"	20	100	140	170	15,5	132
12. 130	8,40	"	20	100	140	170	15,5	132
13. 140	9,10	"	20	100	140	170	15,5	132
14. 150	9,80	"	20	100	140	170	15,5	132
15. 160	10,50	"	20	100	140	170	15,5	132
16. 170	11,20	"	20	100	140	170	15,5	132
17. 180	11,90	"	20	100	140	170	15,5	132
18. 190	12,60	"	20	100	140	170	15,5	132
19. 200	13,30	"	20	100	140	170	15,5	132
20. 210	14,00	"	20	100	140	170	15,5	132
21. 220	14,70	"	20	100	140	170	15,5	132
22. 230	15,40	"	20	100	140	170	15,5	132
23. 240	16,10	"	20	100	140	170	15,5	132
24. 250	16,80	"	20	100	140	170	15,5	132
25. 260	17,50	"	20	100	140	170	15,5	132
26. 270	18,20	"	20	100	140	170	15,5	132
27. 280	18,90	"	20	100	140	170	15,5	132
28. 290	19,60	"	20	100	140	170	15,5	132
29. 300	20,30	"	20	100	140	170	15,5	132
30. 310	21,00	"	20	100	140	170	15,5	132
31. 320	21,70	"	20	100	140	170	15,5	132
32. 330	22,40	"	20	100	140	170	15,5	132
33. 340	23,10	"	20	100	140	170	15,5	132
34. 350	23,80	"	20	100	140	170	15,5	132
35. 360	24,50	"	20	100	140	170	15,5	132
36. 370	25,20	"	20	100	140	170	15,5	132
37. 380	25,90	"	20	100	140	170	15,5	132
38. 390	26,60	"	20	100	140	170	15,5	132
39. 400	27,30	"	20	100	140	170	15,5	132
40. 410	28,00	"	20	100	140	170	15,5	132
41. 420	28,70	"	20	100	140	170	15,5	132
42. 430	29,40	"	20	100	140	170	15,5	132
43. 440	30,10	"	20	100	140	170	15,5	132
44. 450	30,80	"	20	100	140	170	15,5	132
45. 460	31,50	"	20	100	140	170	15,5	132
46. 470	32,20	"	20	100	140	170	15,5	132
47. 480	32,90	"	20	100	140	170	15,5	132
48. 490	33,60	"	20	100	140	170	15,5	132
49. 500	34,30	"	20	100	140	170	15,5	132
50. 510	35,00	"	20	100	140	170	15,5	132
51. 520	35,70	"	20	100	140	170	15,5	132
52. 530	36,40	"	20	100	140	170	15,5	132
53. 540	37,10	"	20	100	140	170	15,5	132
54. 550	37,80	"	20	100	140	170	15,5	132
55. 560	38,50	"	20	100	140	170	15,5	132
56. 570	39,20	"	20	100	140	170	15,5	132
57. 580	39,90	"	20	100	140	170	15,5	132
58. 590	40,60	"	20	100	140	170	15,5	132
59. 600	41,30	"	20	100	140	170	15,5	132
60. 610	42,00	"	20	100	140	170	15,5	132
61. 620	42,70	"	20	100	140	170	15,5	132
62. 630	43,40	"	20	100	140	170	15,5	132
63. 640	44,10	"	20	100	140	170	15,5	132
64. 650	44,80	"	20	100	140	170	15,5	132
65. 660	45,50	"	20	100	140	170	15,5	132
66. 670	46,20	"	20	100	140	170	15,5	132
67. 680	46,90	"	20	100	140	170	15,5	132
68. 690	47,60	"	20	100	140	170	15,5	132
69. 700	48,30	"	20	100	140	170	15,5	132
70. 710	49,00	"	20	100	140	170	15,5	132
71. 720	49,70	"	20	100	140	170	15,5	132
72. 730	50,40	"	20	100	140	170	15,5	132
73. 740	51,10	"	20	100	140	170	15,5	132
74. 750	51,80	"	20	100	140	170	15,5	132
75. 760	52,50	"	20	100	140	170	15,5	132
76. 770	53,20	"	20	100	140	170	15,5	132
77. 780	53,90	"	20	100	140	170	15,5	132
78. 790	54,60	"	20	100	140	170	15,5	132
79. 800	55,30	"	20	100	140	170	15,5	132
80. 810	56,00	"	20	100	140	170	15,5	132
81. 820	56,70	"	20	100	140	170	15,5	132
82. 830	57,40	"	20	100	140	170	15,5	132
83. 840	58,10	"	20	100	140	170	15,5	132
84. 850	58,80	"	20	100	140	170	15,5	132
85. 860	59,50	"	20	100	140	170	15,5	132
86. 870	60,20	"	20	100	140	170	15,5	132
87. 880	60,90	"	20	100	140	170	15,5	132
88. 890	61,60	"	20	100	140	170	15,5	132
89. 900	62,30	"	20	100	140	170	15,5	132
90. 910	63,00	"	20	100	140	170	15,5	132
91. 920	63,70	"	20	100	140	170	15,5	132
92. 930	64,40	"	20	100	140	170	15,5	132
93. 940	65,10	"	20	100	140	170	15,5	132
94. 950	65,80	"	20	100	140	170	15,5	132
95. 960	66,50	"	20	100	140	170	15,5	132
96. 970	67,20	"	20	100	140	170	15,5	132
97. 980	67,90	"	20	100	140	170	15,5	132
98. 990	68,60	"	20	100	140	170	15,5	132
99. 1000	69,30	"	20	100	140	170	15,5	132

Tabell: /

Kontroll

Kontroll	Zug	Abstraffen					Hydrationsuche mit Kiesel- Sampson's Maltin					Benzin - 195	K. Z.	
		AP	%-100	%-150	%-200	Final P. in %	W.P.	C.P.	%-100	K. Z.				
135	0,55	< 55	10,0	65,0	84,0	92,0	0,20	0,30	0,40	0,50				
136	0,59		5,0	30,0	44,0	51,0	1,00	1,00	1,30					
137	0,65		13,0	46,5	62,0	67,0	1,05	0,12	0,35					
138	0,70		17,0	49,0	66,0	70,0	1,00	0,00	0,30					
139	0,75		19,0	52,0	68,0	71,0	1,00	1,00	1,00					
140	0,80		20,0	56,0	70,0	70,0	0,00	0,70	0,50					
141	0,85		22,0	58,0	71,0	71,0	0,00	0,00	0,00					
142	0,90		25,0	60,0	72,0	72,0	0,00	0,00	0,00					
143	0,95		28,0	62,0	73,0	73,0	0,00	0,00	0,00					
144	1,00		30,0	63,0	74,0	74,0	0,00	0,00	0,00					
145	1,05		32,0	64,0	75,0	75,0	0,00	0,00	0,00					
146	1,10		34,0	65,0	76,0	76,0	0,00	0,00	0,00					
147	1,15		36,0	66,0	77,0	77,0	0,00	0,00	0,00					
148	1,20		38,0	67,0	78,0	78,0	0,00	0,00	0,00					
149	1,25		40,0	68,0	79,0	79,0	0,00	0,00	0,00					
150	1,30		42,0	69,0	80,0	80,0	0,00	0,00	0,00					
151	1,35		44,0	70,0	81,0	81,0	0,00	0,00	0,00					
152	1,40		46,0	71,0	82,0	82,0	0,00	0,00	0,00					
153	1,45		48,0	72,0	83,0	83,0	0,00	0,00	0,00					
154	1,50		50,0	73,0	84,0	84,0	0,00	0,00	0,00					
155	1,55		52,0	74,0	85,0	85,0	0,00	0,00	0,00					
156	1,60		54,0	75,0	86,0	86,0	0,00	0,00	0,00					
157	1,65		56,0	76,0	87,0	87,0	0,00	0,00	0,00					
158	1,70		58,0	77,0	88,0	88,0	0,00	0,00	0,00					
159	1,75		60,0	78,0	89,0	89,0	0,00	0,00	0,00					
160	1,80		62,0	79,0	90,0	90,0	0,00	0,00	0,00					
161	1,85		64,0	80,0	91,0	91,0	0,00	0,00	0,00					
162	1,90		66,0	81,0	92,0	92,0	0,00	0,00	0,00					
163	1,95		68,0	82,0	93,0	93,0	0,00	0,00	0,00					
164	2,00		70,0	83,0	94,0	94,0	0,00	0,00	0,00					
165	2,05		72,0	84,0	95,0	95,0	0,00	0,00	0,00					
166	2,10		74,0	85,0	96,0	96,0	0,00	0,00	0,00					
167	2,15		76,0	86,0	97,0	97,0	0,00	0,00	0,00					
168	2,20		78,0	87,0	98,0	98,0	0,00	0,00	0,00					
169	2,25		80,0	88,0	99,0	99,0	0,00	0,00	0,00					
170	2,30		82,0	89,0	100,0	100,0	0,00	0,00	0,00					

-185°
0,822
-185°
0,828
0,833

Tabelle: 10

Hydratversuche mit NH_4OH im Dampfstrom. Mittelw.

Abstreifer

Februar 1919

Kontakt	Belastung m ² /h ²	Mischung H ₂ O bei -200°	U/15 h	U/P	% -100°	% -150°	% -160°	% -200°	Phenol %	Formol %	U/15 h	U/P	% -100°	A. 11	A. 6	A. 1	A. 2
M 145 3,5% NaOH 1% Na ₂ CO ₃ 3% Strom 5% HF 5% Strom	0,40	0,37	0,800	± 0°	520	790	870	920	0,02	0,01	0,800	-30	460	116	1153	14	33
	0,35	0,47	0,820	-90	380	600	800	860	-	-	0,820	-	-	-	-	-	-
	0,45	0,55	0,825	-100	340	640	760	850	0,02	0,01	0,825	-30	460	116	1153	14	33
	0,15	0,58	0,846	-170	220	545	630	775	0,03	0,01	0,846	-	-	-	-	-	-
	0,60	0,62	0,846	-215	230	335	650	780	0,03	0,01	0,846	-	-	-	-	-	-
Gen I	0,45	0,74	0,845	-180	225	325	655	775	-	-	0,845	-	-	-	-	-	-
	0,20	0,19	0,780	+60	670	870	930	930	-	-	0,780	-	-	-	-	-	-
	0,35	0,33	0,790	± 0	600	820	900	940	0,01	0,00	0,790	-	-	-	-	-	-
	0,50	0,44	0,796	-40	560	820	890	930	-	-	0,796	-	-	-	-	-	-
	0,55	0,50	0,805	-70	500	785	870	910	0,01	0,00	0,805	-2,5	370	110	1170	970	100
M 152 ca. 40% Paste 1% NaOH 1% Strom bei 650° 5% HF 5% Strom	0,40	0,37	0,803	-23	445	750	855	920	-	-	0,803	-20	430	110	1130	950	100
	0,50	0,43	0,818	-80	320	650	760	850	0,04	0,10	0,818	-	-	-	-	-	-
	0,65	0,55	0,832	-125	265	575	715	845	0,02	0,03	0,832	-	-	-	-	-	-
	0,25	0,24	0,780	+30	780	940	960	970	0,01	0,00	0,780	-	-	-	-	-	-
	0,35	0,33	0,790	-50	700	900	930	950	-	-	0,790	-	-	-	-	-	-
M 161 40% Paste 1% NaOH 1% Strom 5% HF 5% Strom	0,55	0,52	0,795	-70	620	880	930	950	0,02	0,00	0,795	-70	570	106	1139	1030	100
	0,70	0,64	0,815	-125	470	760	850	910	-	-	0,815	-	-	-	-	-	-
	0,80	0,70	0,825	-165	350	690	800	870	-	-	0,825	-	-	-	-	-	-
	0,45	0,42	0,835	-200	320	640	760	860	-	-	0,835	-	-	-	-	-	-
	0,30	0,30	0,819	-155	410	690	790	870	0,04	0,04	0,819	-	-	-	-	-	-
M 157 ca. 40% Paste 1% NaOH 1% Strom 5% HF 5% Strom	0,40	0,37	0,810	-125	480	770	850	920	-	-	0,810	-120	485	113	1111	950	100
	0,45	0,41	0,816	-145	430	730	830	900	0,01	0,01	0,816	-	-	-	-	-	-
	0,55	0,50	0,823	-170	365	685	815	900	-	-	0,823	-	-	-	-	-	-
	0,30	0,27	0,805	-110	500	770	850	900	0,03	0,01	0,805	-	-	-	-	-	-
	0,50	0,43	0,825	-200	400	715	805	865	0,01	0,02	0,825	-	-	-	-	-	-
M 153 40% Paste 2% NaOH 3% Strom	0,60	0,53	0,827	-200	400	710	810	880	-	-	0,827	-	-	-	-	-	-

Experiments

Filtration

Bag 2733 - 18

Target 30/4 - 11

Betrifft: Filtrationsversuche mit Rohaufschluss und Entschlammung.

Für die Filtration von Rohaufschluss, dem ein gewisser Prozentsatz Entschlammung zugesetzt war, wurde ein Druckfilter mit einem Steinfiltereinsatz "40" (Durchm. 12,5 cm) verwandt. Als Zusatz zu den untersuchten Rohaufschlußproben stand eine Entschlammung mit rund 26 % Feststoff zur Verfügung.

Nachdem die Filtrationszeit des reinen Rohaufschlusses festgestellt war, wurden Zusätze von 5, 10 und 15 % Entschlammung gemacht und die dabei auftretende Verschlechterung der Filtrationszeit gemessen. Die folgende Tabelle gibt einen Überblick über 2 Versuchsreihen die unter anderen ausgeführt wurden und bei denen bewusst 2 Rohaufschlußproben mit verschiedener Filtrierbarkeit verwandt worden sind.

Nr.	Einsatz	Filtrationsbedingungen		Filtrationszeit	
		Druck atü	Temp. °C	sek/1000g	sek/100g
1	1000 g Rohaufschluß vom 27.4.42	5	150°	20	2
1a	950 g Rohaufschluß 50 g Entschlammung	5	150°	43	4,3
1b	900 g Rohaufschluß 100 g Entschlammung	5	150°	187	18,7
1c	850 g Rohaufschluß 150 g Entschlammung	5	150°	313	31,3
=====					
2	1000 g Rohaufschluß vom 1.5.42	5	150°	45	4,5
2a	950 g Rohaufschluß 50 g Entschlammung	5	150°	131	13,1
2b	900 g Rohaufschluß 100 g Entschlammung	5	150°	265	26,5
2c	850 g Rohaufschluß 150 g Entschlammung	5	150°	433	43,3

Aus den Versuchen ergibt sich, dass ein Zusatz von 5 % Entschlammung mittleren Feststoffgehaltes eine Verschlechterung der Filtrationszeit auf das 2 - 3 fache des reinen Rohaufschlusses hervorruft. Bei einem Zusatz von 10 % beträgt die Verschlechterung das 6 - 9 fache und bei einem Zusatz von 15 % das 10 - 15 fache der Filtrationszeit eines Rohaufschlusses ohne Zusatz.

Ø H. Dir. Dr. Frese, H. Dr. Thomas, H. Dr. Schmitz, H. Dr. Döring.

Dr. Dö./M.

Erg Target
2733 - U/4.11

A k t e n n o t i z !

Betrifft: Aufarbeitungsversuche an Pechkoksöl der Pechkokerei Rauxel.

Wir haben in der letzten Zeit einige Versuche zur Aufarbeitung von uns von Rauxel zur Verfügung gestellten Proben Pechkoksöl durchgeführt. Dabei wurden Versuche zur Destillation, Schwelung und Filtration des Produktes unternommen. Wir haben die folgenden Feststellungen gemacht:

a) Destillationsversuche

Das Pechkoksöl, das einen Erweichungspunkt von 44°C aufweist, ergab bei einer Destillation bis 395° 6,1 % Destillat und einen Rückstand mit einem Erweichungspunkt von 55°C . Um zu einem pechähnlichen Rückstand, der einem normalen Brikettpech entspricht, (Erweichungspunkt $68 - 70^{\circ}$) zu kommen, gelang es, maximal 18 % Destillat abzutreiben, wobei bis 415 bzw. 420° destilliert werden musste.

Auf Grund dieser schlechten Ausbeute bei der Destillation scheidet eine derartige Aufarbeitung aus.

b) Schwelung

Schwelversuche, die bei einer Anheizzeit von 1 - 4 Std. und einer Überstehzeit von 1 Std. bei 500° durchgeführt wurden, ergaben eine Ausbeute von 54 - 66 % Öl. Dabei ist zu berücksichtigen, dass der Rückstand wertloser Koks darstellt. Das Destillat selbst hatte in einem Fall folgende Siedeanalyse:

Dichte $\frac{15}{4}$	1,113
Siedebeginn	307°
5 %	365°
15 %	410°
25 %	427°
35 %	435°
45 %	446°
55 %	455°
65 %	468°
75 %	482°
Siedende	484° bei 88 %

Das Öl selbst stellt ein wachsartiges bei normaler Temperatur stockendes Produkt dar.

c) Filtrationsversuche

Für die Filtration wurde ein Druckfilter mit einem Steinfilttereinsatz "40", mit einem Durchmesser von 12,5 cm verwendet. Die Versuchsergebnisse sind aus nachfolgender Tabelle ersichtlich.

Es stellt sich demnach heraus, dass eine direkte Filtration des Pechkoksöles wegen der langen Filtrationsdauer nicht in Frage kommt, dagegen sind Filtrationen mit Verdünnungsmitteln durchaus möglich.

Von letzteren hat sich erwartungsgemäß Mittelöl und Teeröl (Kokerei Math. Stinnes I/II) am besten bewährt.

Bei einem Verschnitt von Rohaufschluss der Extraktionskammer 12 mit Pechkoksöl wurden nur niedrige Konzentrationen an Pechkoksöl angewandt (5, 10, 15 %) um die Verhältnisse zu zeigen, wie sie sich bei einem normalen Betrieb der Extraktion unter Zusatz der zur Verfügung stehenden Mengen Pechkoksöl zum Rohaufschluss ergeben würden.

Es kann bezüglich der Versuche mit Rohaufschluss als Verdünnungsmittel festgestellt werden, dass bei einem Zusatz von 5 % die Filtrationszeit des Rohaufschlusses 1/2 mal, bei einem Zusatz von 10 % doppelt, und bei einem Zusatz von 15 % rund 3 mal so hoch ist, wie bei einem Rohaufschluss ohne Zusatz.

Zusammenfassend ergibt sich, dass die Filtration des Pechkoksöles mit einem zweckentsprechendem Verdünnungsmittel zweifellos eine brauchbare Methode zur Aufarbeitung dieses Öles darstellt.

D^r Dr. Herrn Dir. Dr. Frese
Herrn Dr. Thomas
Herrn Dr. Döring
Labor 38

Filtrationsversuche an Pechkoksöl von Bagel. U/4.1.1

Für die Filtrationsversuche wurde ein Druckfilter mit einem Steinfiltereinsatz "40" verwendet. Die Versuchsbedingungen sind aus nachfolgender Tabelle ersichtlich. (Durchmesser des Filtersteines 12,5 cm).

Nr.	Einsatz	Druck atü	Temp. °C	Filtrationsbedingungen		
				Filtrationszeit		
				Min./1000g Einsatz	Sek./100 g Einsatz	Sek./100 g Pechkoksöl
1	1000 g Pechkoksöl	15	120 150	34 : 0	203	203
2	500 g Pechkoksöl 500 g Mittelöl	5	120	4 : 15	25,5	51
3	750 g Pechkoksöl 250 g Mittelöl	5	120	11 : 13	67,3	89,7
4	500 g Pechkoksöl 500 g Heizöl	5	120	6 : 45	40,5	81,0
5	500 g Pechkoksöl 500 g Teeröl I/II	5	140	3 : 55	23,5	45,0
6	500 g Pechkoksöl 500 g Pechdestillat	5	150	10 : 0	60,0	120,0
7	1000 g Rohaufschluß ohne Zusatz Beh. 10. St. 13 v. 21.2.42	5	150	1 : 05	6,5	-
7a)	950 g Rohaufschluß 50 g Pechkoksöl	5	150	1 : 41	10,1	-
7b)	900 g Rohaufschluß 100 g Pechkoksöl	5	150	2 : 15	13,5	-
7c)	850 g Rohaufschluß 150 g Pechkoksöl	5	150	3 : 5,0	18,5	-

Bag Target
27331 - U/4.11

A k t e n n o t i z .

Betrifft: Ausfällungen aus dem Reinfiltrat bei verschiedenen Temperaturen.

Zum Vergleich wurden je 1000 ccm Reinfiltrat von B. 13 in einem 1000 ccm - Meßzylinder

- 1) bei Zimmertemperatur und
- 2) bei 100° C aufbewahrt.

Bereits nach 10 Stunden war am Boden der bei 100° C gehaltenen Probe ein zäher Satz bemerkbar, der sich von Stunde zu Stunde vermehrte. Nach 36 Stunden waren die Ausscheidungen bei ständiger Zunahme sehr hart geworden und wurden auch nicht mehr weicher.

Das bei Zimmertemperatur aufbewahrte Reinfiltrat blieb in den ersten 10 Tagen frei von Absetzungen; erst dann machte sich ein geringer Niederschlag bemerkbar, der aber stets sehr weich blieb.

Eine Reproduktion der Versuche zeigte das gleiche Ergebnis.

Obwohl eine quantitative Bestimmung der Ausfällungen nicht gemacht wurde, kann man sagen, daß die Absetzungen bei 100° C ungefähr 5 x größer sind als die bei Zimmertemperatur, so daß im Großbetrieb die Behälter für das Reinfiltrat bei möglichst niedriger Temperatur gehalten werden müssen.

D.dr.: H.Dir., Dr. Wi., Dr. Fr., Dr. Schm., Dr. Tho., Dr. Dö., Dr. Schi.

Betrifft: Versuche zur Regenerierung gebrauchter Filterkerzen-Steine.

Das Problem, gebrauchte Filtersteine zu regenerieren ist genau so alt, wie die Filtration des Rohaufschlusses, wurde aber besonders aktuell, seit in Druckfiltern mit Filterkerzen gearbeitet wird.

Versuche, Filtersteine durch Ausglühen wieder brauchbar zu machen, hatten keinen Erfolg, da sie bald ihre Festigkeit verlieren und platzen, ohne dass es überhaupt gelingt, wirksam die Verschmutzung im Innern der Steine zu beseitigen. Auch die Behandlung der Steine mit Schwefelsäure, Chromschwefelsäure usw. war wenig wirksam; dazu trat schnell eine starke Verschlammung der Reinigungssäuren ein.

Zu günstigen Ergebnissen führten Säuremischungen mit stark oxydierendem Charakter, so z.B.

Salpetersäure - Kaliumchlorat (90 : 10)

Salpetersäure - Kaliumbichromat (95 : 5).

Zur Untersuchung mussten gebrauchte Filtersteine der Vaka herangezogen werden, die mehrere Monate im Haldenschutt gelegen hatten und deshalb einer zusätzlichen Beeinflussung und Verschmutzung ausgesetzt waren, sodaß die Voraussetzungen für eine durchgreifende gleichmässige Regenerierung besonders ungünstig waren.

Da das Behandeln eines Steines in heisser Säuremischung nur zu einer Reinigung der äusseren Schicht führte, ohne dass das Steininnere merklich beeinflusst war, wurde folgender behelfsmässiger Weg beschritten:

Die Ringe wurden zunächst im Trockenschrank bei etwa 160°C getrocknet und dann durch Abkratzen vom grössten äusserlichen Schmutz befreit. Diese so vorbehandelten Steine wurden dann zwischen einem Uhrglas und einem Glastrichter mit Talkum Wasserglasmischung eingekittet, in 75 - 95°C heisse Waschlösung gebracht und dann die Säure mittels Wasserstrahlpumpe von aussen nach innen durch die Steine gesaugt. Die Wirkung dieser mit so primitiven Mitteln vorgenommenen Behandlung der Steine ist sehr gut an den beiliegenden Steinproben zu sehen.

Da-nach ergibt sich, dass grundsätzlich der eingeschlagene Weg richtig ist, wenn auch zunächst noch keine gleichmässige

Regenerierung des ganzen Steines erzielt worden ist. Das kann aber daran liegen, dass die gebrauchten Steine

- 1.) auf der Halde zusätzlich und sicher nicht gleichmässig verschmutzt wurden und
- 2.) dass keine Möglichkeit bestand, mit einfachen Mitteln durch Säuredruckbehandlung das Steininnere wirksamer zu beeinflussen.

Das benutzte Verfahren hat folgende Vorteile:

- 1.) Die Waschsäuren bleiben sauber und klar, da die organische Substanz des Schmutzes restlos in Gas umgesetzt wird. Die zurückbleibende Asche wird mit aus dem Steininnern entfernt und setzt sich in der Säure leicht ab.
- 2.) Das Filtersteinmaterial selbst erleidet hinsichtlich der Festigkeit keinen Schaden, was durch folgende Versuche belegt wurde: Ein neuer Stein wurde 5 Stunden mit Säuremischung behandelt und erlitt dabei einen Gewichtsverlust von etwa 0,1 %. Dieser so behandelte Stein wie auch regenerierte Steine hielten einem Wasserdruck von 5 atü stand, ohne zu platzen.

Nach diesen Tastversuchen ergibt sich folgendes Bild:

Es konnte gezeigt werden, dass sich stark oxydierende Säuremischungen (z.B. Kaliumchlorat + Salpetersäure, Kaliumbichromat + Salpetersäure) zur Regenerierung gebrauchter Filtersteine eignen, ohne dass das Steinmaterial an sich leidet. Eine gleichmässige Reinigung der Steine dürfte beim Durchpressen der empfohlenen Mischungen durch die Steine zu erwarten sein. Man kann evtl. daran denken, bei säurefester Ausstattung der Druckfilter die Regenerierung im Filter selbst vorzunehmen.

M. Schmidt

Experiments

Extraction

Bag 2733 #19

Target 30/4.11

Betr.: Kurze Zusammenfassung der Versuche zur katalytischen Druckraffination von Leichtöl der Kokerei W. St. III/IV.

Die Versuche wurden ausgeführt in einem Gasphascofen des Technikums (Reaktionsraum ca 50 ccm). Als Kontakt diente 58 II in 4 mm Fülln.
Der Reaktionsdruck betrug 50 - 60 atü, die Belastung war 1 kg / 1 / Std.

Reaktionsbedingungen			Reaktionsprodukt						
Temp. m.V.	Gasart	Vers.-Dauer Tage	D 15 4	- 100° Vol.%	- 200° Vol.%	Cu-Sch. mg / 100 ccm	Phen.	Br.Zahl g Br / 100 ccm	Gas. Schwefel Gew.%
22,5	Frischg.	5	0,870	67,0	96,0	40	0,01	0,8	0,009
22,5	Erl.gas	3	0,860	69,0	96,0	40	0,01	0,6	0,009
23,5	" "	9	0,860	69,0	96,5	30	0,01	0,5	0,008
Ausgangsprodukt Leichtöl der Kokerei			0,888	69,0	94,0	42	0,1	17,3	0,326

Nach 5 - tägigen Betrieb bei 22,5 m.V. musste der Ofen abgestellt werden, da sich im Vorheizereingang eine gummiartige, klebrige Masse abgeschieden hatte. Der Kontakt war nach dieser Zeit noch einwandfrei und wurde wieder eingebaut. Nach weiterem 9 - tägigen Betrieb bei 23,5 m.V. wurde eine Abscheidung im Vorheizer nicht beobachtet.

Das Reaktionsprodukt der Druckraffination bei 23,5 m.V. wurde ohne jede weitere Behandlung in der Kolonne bis 185° destilliert.

Das Destillat betrug 94 % vom Reaktionsprodukt und hatte folgende Analyse :

D 15 4	0,860	65 Vol.%	91,5°
S. B.	66°	75 "	97°
5 Vol.%	77°	85 "	111°
15 "	82°	95 "	147°
25 "	84°	Rückstand	1,0 %
35 "	85°	Verlust	0,5 %
45 "	86°	100°	78,0 %
55 "	88,5°	Kennziffer	98,5

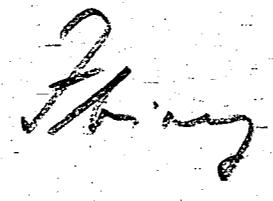
Gesamt - Schwefel	0,005 %
Cu - Schale	3,5 mg / 100 ccm
H.S.T. nach H.V.	8,0 mg / 100 ccm
Bromzahl	0,6 mg / 100 ccm

Dieses Destillat entspricht den Vorschriften des H.V. für Motorenbenzol (mit Ausnahme des Siedebeginns, der zwischen 80 - 87° liegen soll). Die 4 % Rückstand siedeten zwischen 195 - 260°. Die Dichte beträgt 0,980, der Schwefelgehalt 0,1 %.

Über die Grösse der Vergasung lässt sich bei einem Versuch in so kleinem Maßstabe nichts genaues aussagen. Jedoch dürfte sie nicht mehr als 1 - 2 % ausmachen.

Zusammenfassend kann man sagen, dass es durchaus möglich erscheint aus Kohlenäol leichtöl durch katalytische Bruckraffination bei ca 50 atü Wasserstoff - Partialdruck in einer Ausbeute von über 90 % ein typgerechtes Motorenbenzol herzustellen. Schwierigkeiten sind möglicherweise durch Harzabscheidungen im Vorheizer zu erwarten, die aber durch einen gesonderten Verdampferlauf behoben werden könnten.

Technikum Melheim, den 14. 7. 38



D.f.H. Dr. Broche, Dr. Winkler, Dr. Frese, Dr. Thomas, 2 x Reg.

Aktennotiz

Betr.: Kurze zusammenfassende Mitteilung über die Ergebnisse der Versuche über die Hydrierung von Abstreifer (P 100) in der Gasphase bei 500 - 600 atü
(Versuche zur Kombinationskammer).

Abstreiferanalyse: 5 - 8 % bis 200°, 65 % bis 360°, ca 2 % Phenol, 2,5 % Pyridin, Anilinpunkt unter - 20°

Versuchsbedingungen					Gesamt - Reaktionsprodukt					Benzin			Dieselöl			Heizöl			Bemerkungen
Kontakt	Temp. m.V.	Belast. kg/l/h	Gasart	Vers.-Dauer Tage	D 15 4	A.P. °C	Bi-Neu- bildg. Vol. %	Rückst. Spaltg. Vol. %	Phen.- Pyridin Redukt. Redukt. +++	D 15 4	A.P. °C	H ₂ Gew. %	D 15 4	A.P. °C	H ₂ Gew. %	D 15 4	Visko 20° C	H ₂ Gew. %	
kein	23,5	1	Fr.-gas	5	1,053	<-25°	0	12	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	
5058	22,5	1	"	10	0,920	+ 33	11	70	>80	>80	0,810	+ 20	12,5	0,942	+ 35	11,5			in Dieselöl
6434	22,5	1	"	6	1,030	<-25	3	26	<50	<50	0,865	- 21	10,9	kein Dieselöl			1,056	-	8,2
	22,5	<1	Krl.-gas	5	0,950	-16	24	70	<50	<50	0,850	- 26	10,9	kein Dieselöl			1,015	-	8,7
6434 nachbehandelt	22,5	1	Fr.-gas	8	1,010	<-20	4	41	ca 50	ca 50	0,843	- 15	11,8	kein Dieselöl			1,038	-	8,8
	22,5	1	Krl.-gas	16	1,000	<-20	5	50	>50	>50	0,840	- 13	11,5	0,970	<-25	9,4	1,070	18	7,8
58 II	22,5	<1	Fr.-gas	7	0,905	+45	9	80	>90	>90	0,800	+ 35	13,5	0,930	+35	12,3			in Dieselöl
	22,5	1,5	"	16	0,950	+15	5	60	>90	>90	0,814	+ 17	12,7	0,973	+16	10,8			
Al(OH) ₃ + Cr O ₃	22,5	1,5	Krl.-gas	19	0,940	+30	6	75	>90	>90	0,814	+ 21	13,1	0,967	+17	11,0			
	24,5	1	Fr.-gas	8	1,025	<-20	4	32	<50	<50	0,845	<-20	10,9	kein Dieselöl			1,050	-	7,4
A-Kohle m. Jod	25,5	1	"	7	0,990	<-20	9	65	<50	<50	0,845	<-20	10,9	kein Dieselöl			1,027	-	8,3
	22,5	1	"	3	0,981	<-20	6	60	<50	<50	0,857	<-20	10,5	kein Dieselöl			1,010	-	9,0
Koks	24,5	1	Krl.-gas	15	1,035	<-20	2	38	<50	<50	0,886	<-20	-	kein Dieselöl			1,067	-	7,5
Koks mit Ammoniummolybdat	22,5	1	"	15	1,005	<-20	5	55	<50	<50	0,858	<-20	10,7	0,975	<-20	8,7	1,072	14	7,3
	22,5	>1	Fr.-gas Krl.-gas	17	1,030	<-20	3	41	<50	<50	0,859	<-20	10,6	0,985	<-20	8,8	1,088	26	7,2
Koks mit CrO ₃	22,5	1	Krl.-gas	4	1,031	<-20	2	32	<50	<50	0,865	<-20	-	kein Dieselöl			1,052	-	-
Braunoxyd (Fe ₂ O ₃ + 10% CrO ₃)	22,5	1	"	8	1,010	<-20	3,5	67	<50	>50	0,855	<-20	10,7	0,981	<-20	8,9	1,058	12	8,0
Molybdänlanz (MoS ₂)	22,5	1	"	5	1,041	<-20	2	33	>50	<50	0,889	<-20	9,9	0,992	<-20	8,4	1,086	29	7,2
Wolframit (WO ₃)	22,5	1	"	4	1,041	<-20	2	33	<50	>50	0,887	<-20	9,9	0,994	<-20	8,0	1,094	30	6,5

Weitere Versuche wurden mit einer Münchener Bleicherde, mit Terrana extra und mit 6719 (Lu.hafen) gemacht. Der Kontakt zerfiel nach wenigen Stunden.

+) = Benzin im Reaktionsprodukt minus dem Benzin im Abstreifer, bezogen auf den benzinfreien Abstreifer.

++) = Vol. % der über 360° siedenden Anteile die in unter 360° siedendes Mittelöl aufgespalten sind.

+++ = Gew. % des reduzierten Phenols (bzw. Pyridins) bezogen auf das Phenol oder Pyridin im Ausgangsprodukt.

Hauptlaboratorium Welheim, den 16. 7. 38

Winkler

D.f.H. Dr. Broche, Dr. Winkler, Dr. Frese, Dr. Thomas, 2-X Reg.

A k t e n n o t i s .

Betrifft : Analysen der Abteilung Hydrierung.

Die am 10. 1. 38 während der Zeit von 10,30 bis 12,50 Uhr gleichzeitig genommenen Analysen ergaben folgende Werte. Die Analysen wurden in der Drehschmidt - Apparatur über Quecksilber von Herrn Mats (Leuna) analysiert.

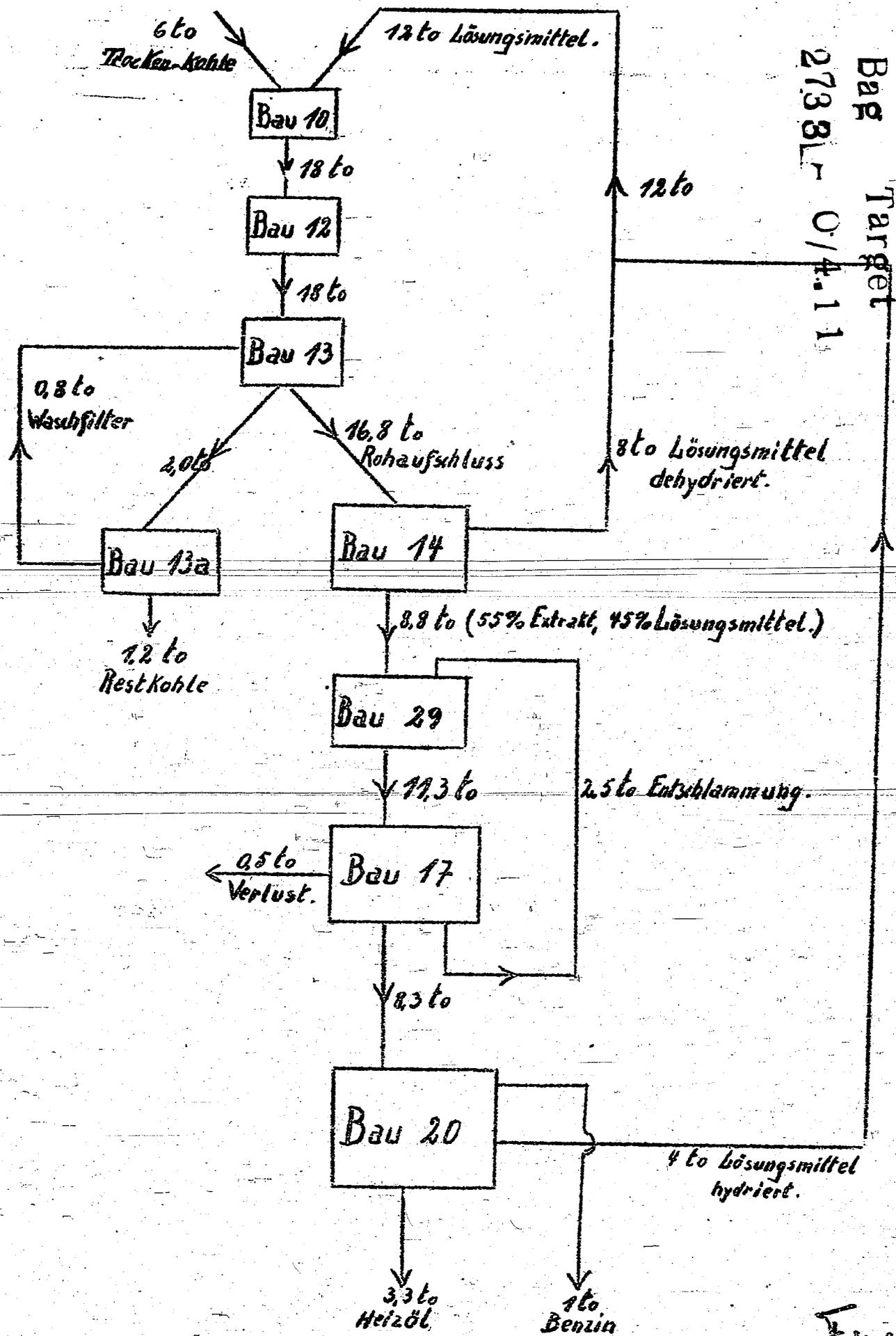
	<u>Frischgas</u>	<u>Kammereing.</u>	<u>Kammerausg.</u>	<u>Ges.-Hy-Gas</u>	
CO ₂ + H ₂ S	0,12	0,13	0,06	12,18	Vol.-%
O ₂	0,12	0,25	0,23	0,28	Vol.-%
H ₂	97,70	70,89	61,36	20,30	Vol.-%
CO	0,17	0,40	0,47	0,60	Vol.-%
KW	0,20	22,80	32,20	64,06	Vol.-%
N ₂	1,69	5,53	5,68	2,58	Vol.-%
C - Z a h l		1,62	1,60	2,48	
spez.Gew. (kg/Nm ³)	0,116	0,397	0,492	1,152	

	<u>Entschl. Gas</u>	<u>Zwischen- Abstr. Gas</u>	<u>Abstreifer</u>	<u>Destill. Abgas</u>	
CO ₂ + H ₂ S	0,40	0,27	25,70	2,52	Vol.-%
O ₂	0,35	0,07	0,15	0,33	Vol.-%
H ₂	48,38	36,10	3,18	2,12	Vol.-%
CO	0,47	0,16	0,47	1,48	Vol.-%
KW	45,05	59,48	67,60	92,23	Vol.-%
N ₂	5,35	3,92	2,90	1,32	Vol.-%
C - Z a h l	1,87	1,78	2,97	3,37	
spez.Gew. (kg/Nm ³)	0,702	0,813	1,445	2,182	

Weiheim, den 10. 1. 38

King
D.f.H. Dr. Winkler, Dr. Freese/Kimmerle, Dr. Thomas, Dipl. Ing. Loch, Reg.

Schema der Extrakt-Herstellung und Hydrierung.



Freie

Bottrop, den 23. Juli 1940.

Aktennotiz.Bag Target
2733L- U/4.11Betrifft: Extraktion.

100 000 t Extrakt = 140 000 t trockene Kohle
(71,5 % Extraktausbeute)

stäl. Leistung B. 10 = 17,5 t trockene Kohle
2 Anlagen ohne Reserve.
35 t Lösungsmittel

Bei 25 t Sumpfabstreifer /h mit 30 bzw. 50 % Mittelöl = 7,5 t
bzw. 12,5 t Lösungsmittel ist 20 - 36 %ige Erneuerung möglich.

stäl. Leistung B. 12 = 52,5 t Maische
2 Kammern ohne Reserve.

" " B. 13 = 52,5 t Rohaufschluß
12,5 t Extrakt in 50 t Reinfiltrat
Verdoppelung ohne Reserve.

20 t Reinfiltrat nach B. 15 zur Herstellung von 40 000 Jato
Festextrakt (5 t /h).

30 t Reinfiltrat über B. 23 mit 7,5 t ^{Arbeits} Mittelöl = 37,5 t nach
B. 14 = 60 000 t Extrakt und 60 000 t Anreibeöl pro Jahr.

Für die Herstellung von 100 000 t Extrakt und zwar 40 000 t
zur Gewinnung von Festextrakt und 60 000 t zur Hydrierung sind
unter Weglassung jeglicher Reserve unter der Annahme, daß bei
Störungen in der Extraktion entweder die Festextraktgewinnung
eingeschränkt oder in solchen Falle mehr Pech verarbeitet werden
kann, erforderlich:

1. Die Errichtung eines weiteren Baues 10 zur Gewinnung von 10 t
trockener Kohle /h.
2. Die Errichtung einer weiteren Kammer 12 mit Breipressen und
sonstigem Zubehör.
3. Die Erweiterung von Bau 13 und Bau 13 a.

Bag Target

273 31 - 0/4 /d
Bau 14 ist seinerzeit für die Gewinnung von 4 t Extrakt /d be-
stellt worden unter der Annahme, dass mit einer 40 %igen Kohle ge-
fahren wird. Infolge der geringen Extraktkonzentration im Reinfil-
trat wird die Leistung etwas sinken. Es ist jedoch zu erwarten,
dass jede Anlage 4 t Extrakt /h durchsetzen kann.

Voraussetzung für obigen Plan ist jedoch, dass das durch Extrakt-
drierung gewonnene Mittelöl auch einwandfreie Extraktion gewährlei-
stet, wie sie mit Pech - Mittelöl bisher durchgeführt werden konn-
te.

D'gr.: Dr. Wl/Dr. Tho/

Betr.: Untersuchung des Extraktionslösungsmittels vor und nach dem Durchgang durch die Extraktionskammer, in Abwesenheit und in Gegenwart von Wasserstoff.

ohne Wasserstoff

30. 3. 10 A 10 B

	3,30 - 7,30 Eingang Ka. x)	5,00 - 9,00 Ausgang Ka. x)	13,45 - 17,45 Eingang Ka.	15,15 - 18,15 Ausgang Ka.
Dichte bei 15°	1,001	1,012	0,998	1,008
Differenz		0,011		0,010
<u>Siedeanalyse:</u>				
S.B.	198° C	202° C	202° C	191° C
5 Vol. %	209° C	213° C	210° C	208° C
15 "	220° C	222° C	221° C	219° C
25 "	226° C	228° C	227° C	226° C
35 "	233° C	235° C	234° C	232° C
45 "	240° C	242° C	241° C	241° C
55 "	249° C	252° C	249° C	251° C
65 "	261° C	263° C	260° C	262° C
75 "	277° C	277° C	273° C	276° C
85 "	293° C	294° C	290° C	296° C
95 "	322° C	326° C	317° C	325° C
S.E.	98,5/345°	99/357°	98/335°	98/344°
Rückstand:	1,0 %	0,5 %	1,0 %	1,0 %
Verlust:	0,5 %	0,5 %	1,0 %	1,0 %
300°	98 %	87,5 %	89 %	86,5 %
Flockpunkt:	< - 45° C	- 4° C	- 9° C	- 3° C
ca. C ₁₀ H ₈	-	2 %	0,0 %	2,5 %
Phenol	5,3 %	5,3 %	4,7 %	5,3 %
<u>Elementaranal.:</u>				
C	90,58 %	90,39 %	89,21 %	89,64 %
H ₂	8,36 %	7,91 %	8,28 %	7,75 %
Differenz:		0,45		0,53

x) Destillat v. Kohlebrei

x) " v. Rohaufschluss bis zum Extraktschmp. 210°

Bag Target
27331 - O/4.11

mit Wasserstoff

	15A; 25B 2. 4. 60°C		12A; 18B; 70°C 3. 4.	
	17,00 - 21,00 Eingang Ka.	18,30 - 22,30 Ausgang Ka.	24,00 - 4,00 Eingang Ka.	1,30 - 5,30 Ausgang Ka.
Dichte bei 15°	1,003	1,009	1,004	1,012
Differenz		0,006		0,008
<u>Siedeanalyse:</u>				
S.B.	201°C	203°C	201°C	198°C
5 Vol. %	211°C	213°C	211°C	211°C
15 "	221°C	221°C	221°C	221°C
25 "	227°C	228°C	227°C	226°C
35 "	234°C	235°C	232°C	234°C
45 "	241°C	243°C	239°C	242°C
55 "	251°C	251°C	249°C	250°C
65 "	261°C	262°C	261°C	262°C
75 "	274°C	277°C	275°C	278°C
85 "	292°C	294°C	290°C	296°C
95 "	321°C	326°C	322°C	325°C
S.E.	98,5/348°	98/348°	99/348°	98,5/353°
Rückstand:	1,0 %	1,0 %	0,5 %	1,0 %
Verlust:	0,5 %	1,0 %	0,5 %	0,5 %
300°	89 %	89 %	90 %	88 %
Flockpunkt	- 10°C	+ 4,0°C	- 8,0°C	- 3,0°C
ca. C ₁₀ H ₈	0,0 %	6,0 %	0,0 %	1,0 %
Phenol:	5,3 %	5,3 %	5,3 %	5,3 %
<u>Elementaranalyse:</u>				
C	90,14 %	90,54 %	90,29 %	90,11 %
H ₂	8,00 %	7,93 %	7,88 %	7,77 %
Differenz:		0,07		0,11

Bag Target
2733L- O/4.11

<u>mit Wasserstoff</u>		
	7 B. 112, 82 g 5.4.1	
	23,00 - 3,00 Eingang Ka.	1,00 - 4,30 Ausgang Ka.
Dichte bei 15°	1,003	1,012
Differenz	0,009	
<u>Siedeanalyse:</u>		
S.B.	196°C	198°C
5 Vol. %	208°C	212°C
15 "	218°C	220°C
25 "	225°C	226°C
35 "	232°C	234°C
45 "	239°C	241°C
55 "	247°C	251°C
65 "	260°C	262°C
75 "	274°C	278°C
85 "	292°C	298°C
95 "	322°C	325°C
S.E.	99/352°C	99/354°C
Rückstand:	0,5 %	0,5 %
Verlust:	0,5 %	0,5 %
300°	88,5 %	87 %
Flockpunkt	- 4°C	- 1°C
ca. C ₁₀ H ₈		
Phenol	4,7 %	5,3 %
<u>Elementaranalyse:</u>		
C	89,76 %	90,50 %
H ₂	7,93 %	7,79 %
Differenz:	0,14	

D.f.H. Dir. Dr. Winkler, Dr. Frese, Dr. Thomas, Dr. Schmitz,
Dr. Schirmacher, Schlecht, 1 x Reg.

1

AktennotizBog Targ t
2733 LE U/4.11Betr.: Extraktionsversuche von 14.3.40 - 5.4.40.

In Tank 23g für Reinfiltrat haben sich in dieser Versuchsperiode etwa weitere 20 t Extrakt abgelagert, sodaß heute der Tank in einer Höhe von 1 m mit ausgefallenen Extrakt gefüllt ist.

In Bau 15 hatten wir sehr unter Undichtigkeiten zwischen Ofenausgang und Blaseeintritt zu leiden. Die Anlage mußte zur Behebung dieser Störungen oft abgestellt werden. Es zeigte sich, daß diese Rohre einem sehr starken Verschleiß unterworfen waren und wir versuchten, daß wir infolge der sehr starken Belastung in Bau 15 mit 5 m³ Reinfiltrat/h und einer Ofenausgangstemperatur von 330° in dieser Leitung eventuell durch Gasbildung unzulässig hohe Geschwindigkeiten erreicht haben. Diese Frage ist von Bedeutung für die Erweiterung des Baues 15 und wird zur Zeit noch überprüft.

Auffallend war besonders, daß der Extrakt gegenüber den früheren Versuchen beim Auslauf aus der Blase eine ganz wesentlich geringere Viskosität als früher aufwies. Während früher der Extrakt langsam und sähflüssig aus der Blase auslief und sich nur langsam auf dem Plattenband verteilte, mußte bei diesem Versuch der Auslauf stark gedrosselt werden, da der Extrakt ausgesprochen dünnflüssig war und beim zu weiten Öffnen des Ventils über das Plattenband weglief. Trotzdem war der Extrakt von Lösungsmitteln frei und hatte einen Schmelzpunkt im β von 220 - 230°. Allerdings wurde auch in der Blase die Temperatur statt bei 280 - 290° des hohen Durchsatzes wegen bei ca. 310° gehalten.

Wir sind jedoch der Ansicht, daß die Temperaturerhöhung allein nicht die Dünnflüssigkeit des Extraktes bedingt haben kann, denn sonst wäre uns bei den früheren Versuchen aufgefallen, daß die Viskosität des Extraktes mit steigender Temperatur erheblich abnimmt. Dies ist aber in der "Vaka" und auch bei Laborversuchen nie beobachtet worden.

Produziert wurden in der Versuchsperiode, laut Fliegekarte, 482,750 t Extrakt (feucht), die zur Kokerei geschafft wurden.

In übrigen wurden keine bemerkenswerten Beobachtungen gemacht.

D' dr.: H. Dir. Dr. Bro, H. Dir. Dr. Wi, H. Dr. Fre, H. O. I. Ri, H. Dr. Schm,
H. Dr. Tho, H. Dr. DS

Dr. 18/3a.

Bottrop-Boy, den 12. April 1940

AKTENZITAT

Bag Target

2733 - 0/4.11

Betrifft: Lösungsmittel des Extraktversuches. (Versuchsnummer von 14.3.40 bis 5.4.40)

Während des Extraktversuches wurden Lösungsmittel folgender Zusammensetzung verwendet: (in Gewichtsprozenten)

ab	14. 3.40	100 A			
ab	23. 3.40	20 A	80 B		
ab	31. 3.40	36 A	57 B	7 C	
ab	1. 4.40	31 A	33 B	46 C	
ab	2.4. 40	15 A	25 B	60 C	
ab	3. 4.40	12 A	18 B	70 C	
ab	5. 4.40	7 A	11 B	82 C	
ab	5. 4.40		7 B	11 C	82 D

D' dr.: H. Dr. Dr. Bi

H. Dr. Fre

H. Dr. Schm

H. Dr. Tho

H. Dr. Schir

H. Dr. 24

Dr. Tho/Br.

Bottrop-Boy, den 21. November 1939

Aktennotiz.

Bag Targot
2733

Betrifft: Extraktion.

Da aus verschiedenen betrieblichen Gründen das Mittelöl aus dem Sumpfhaseabstreifer in der Destillation nicht mehr von 200 - 320°, sondern von ca. 160 - 320° herausgeschnitten wird, wurden im Hinblick auf das Anfahren der Extraktion einige orientierende Aufschlußversuche mit diesem Lösungsmittel ausgeführt. Bei einem Einsatz von 33 % Kohle und 67 % Mittelöl ergaben sich bei einer Reaktionszeit von 1/2 Std. und 400° bei dem obenangeführten Mittelöl starke Verkrustungen (185 g Krusten), während bei einem Mittelöl siedend von 200 - 320° keine Verkrustung zu bemerken war. Desgleichen konnten wir keine Verkrustung mit dem Mittelöl unter denselben Bedingungen feststellen, wenn die niedrig siedenden Anteile daraus entfernt waren. Bei allen 3 Versuchen war der Aufschlußgrad nicht besonders günstig, er lag zwischen 75 und 77 %.

In 2 weiteren Versuchen wurde versucht, die Verkrustung durch geringere Verweilzeit und niedrigere Temperatur auszuschalten. Dies gelang zwar, jedoch wurde die Filtrierbarkeit äußerst schlecht und der Rohaufschluß hatte ein gallertähnliches Aussehen.

Zusammenfassend kann auf Grund dieser wenigen orientierenden Versuche jedoch gesagt werden, daß es unzweckmäßig sein dürfte, mit dem vorhandenen Mittelöl die Extraktion anzufahren, da Komplikationen durch Verkrustung oder schlechte Filtrierbarkeit in Bau 13 zu befürchten sind. Nach Entfernung der niedrig siedenden Anteile aus dem Mittelöl werden diese Schwierigkeiten voraussichtlich nicht eintreten und sich die Extraktion einwandfrei durchführen lassen.

Herrn

Direktor Dr. Broche.

B'dr.: H. Dir. Dr. Win.
H. Dr. Fre.
H. Dr. Schmi.
H. Dr. Tho.

Dr. Tho/Br.

Bottrop-Boy, den 21. November 1939

Aktennotiz.

Bag Target
2733, - 0/4.11

Betrifft: Extraktion.

Da aus verschiedenen betrieblichen Gründen das Mittelöl aus dem Sumpphaseabstreifer in der Destillation nicht mehr von 200 - 320°, sondern von ca. 160 - 320° herausgeschnitten wird, wurden im Hinblick auf das Anfahren der Extraktion einige orientierende Aufschlußversuche mit diesem Lösungsmittel ausgeführt. Bei einem Einsatz von 33 % Kohle und 67 % Mittelöl ergaben sich bei einer Reaktionszeit von 1/2 Std. und 400° bei dem obenangeführten Mittelöl starke Verkrustungen (185 g Krusten), während bei einem Mittelöl siedend von 200 - 320° keine Verkrustung zu bemerken war. Dagegen konnten wir keine Verkrustung mit dem Mittelöl unter denselben Bedingungen feststellen, wenn die niedrig siedenden Anteile daraus entfernt waren. Bei allen 3 Versuchen war der Aufschlußgrad nicht besonders günstig, er lag zwischen 75 und 77 %.

In 2 weiteren Versuchen wurde versucht, die Verkrustung durch geringere Verweilzeit und niedrigere Temperatur auszuschalten. Dies gelang zwar, jedoch wurde die Filtrierbarkeit äußerst schlecht und der Rohaufschluß hatte ein gallertähnliches Aussehen.

Zusammenfassend kann auf Grund dieser wenigen orientierenden Versuche jedoch gesagt werden, daß es unzweckmäßig sein dürfte, mit dem vorhandenen Mittelöl die Extraktion anzufahren, da Komplikationen durch Verkrustung oder schlechte Filtrierbarkeit in Bau 13 zu befürchten sind. Nach Entfernung der niedrig siedenden Anteile aus dem Mittelöl werden diese Schwierigkeiten voraussichtlich nicht eintreten und sich die Extraktion einwandfrei durchführen lassen.

Herrn

Direktor Dr. Broche.

Dr.: H. Dir. Dr. Win.

H. Dr. Fre.
H. Dr. Schül.
H. Dr. Tho.

Steinkohlens - Anzeigerwerte mit Kohlen

Dtm.	Spez. N ^o	Einwaage	Anzeigerzeit	Reaktionszeit	Temp.	Substanz	Umlaufzeit 100g/100°C	Endzeit i. d. R. N.	Anfang i. d. R. N.	P. Grad. a. 100g K.	P. Grad. a. 100g K.	Stärke Verkohlung
10. 11. 39	1.	800g Weisse St. 14a + 400g Kohle	45'	2 Stunden	400°C	84 ash	-	4. 74	21. 71	78. 18	82. 02	starke Verkohlung
17. 11. 39	6.	800g Weisse St. 14a + 400g Kohle	45'	1 1/2 Stunde	400°C	99 ash	47 ash.	5. 73	20. 51	72. 05	76. 35	starke Verkohlung
11. 11. 39	2.	800g Weisse St. 14a 400g Kohle	45'	1 Stunde	400°C	55 ash	281 ash	4. 74	16. 58	71. 40	74. 90	mittl. Verkohlung
18. . . .	3	800g Weisse St. 14a 400g Kohle	45'	1 Stunde	390°C	55 ash	900 ash.	4. 74	16. 16	70. 69	74. 20	schwache Verkohlung
14. . . .	5	800g Weisse St. 14a gekloppt bis 200°C 400g Kohle	45'	1 Stunde	400°C	65 ash	180 ash.	4. 74	18. 41	74. 26	77. 90	mittl. Verkohlung
18. . . .	7	800g Weisse St. 14a gekloppt bis 200°C 400g Kohle	45'	1 1/2 "	400°C	88 "	200 ash. 72 P. Grad. 100g mit 100g Kohle	5. 73	20. 02	71. 40	75. 02	11g Verkohlung
15. 11. 39	4	800g Weisse St. 15 400g Kohle	45'	1 Stunde	400°C	60 ash	51 ash	4. 74	14. 70	67. 80	71. 30	keine Verkohlung
18. "	8	800g Weisse St. 15 400g Kohle	45'	1 1/2 "	400	85 "	15 " nach 2 Tagen 90 ash	5. 73	21. 30	72. 90	77. 30	keine Verkohlung

Bag Target
2738L - 0/4.11

Bag Target
2733L - 0/4.11

A b r e c h n u n g s b e r i c h t
der Extraktion vom 26.10. - 23.11.1938.

Die Bilanzen für die Extraktion wurden in der ersten Zeit täglich, später alle zwei Tage abgerechnet. Sämtliche Messungen der flüssigen Produkte wurden mit Kolbenflüssigkeitsmessern von Eckardt durchgeführt. Die Messfehler dieser Apparate liegen im allgemeinen bei 0,3 %. Bei fast allen Messungen dieser Art sind Temperaturemessgeräte vorhanden. Für die Messer der in Kreislauf gehenden Produkte war die Kontrolle für ihre Richtigkeit wegen der zwangsläufigen Übereinstimmung derselben einwandfrei und etwaige grössere Fehler ausgeschlossen. Die Anfangsprodukte unterstanden einer doppelten, die Endprodukte sogar einer dreifachen Kontrolle. Die unaufgeklärten Verluste im Kreislauf (zu St 13, 38 und St 22) sind in St 13 zusammengezogen.

X Zu dem beigefügten Schema ist folgendes zu sagen:

In St 10 ist das Anzeischöl einmal durch den Ausgang in St 13 (Faschfiltrat) und durch die Abgabe an St 23 (Lösungsmittel) und ausserdem durch einen Messer in St 10 als Gesamtmessung kontrolliert. Die Trockenkohlemenge errechnete sich aus den drei Schichtanalysen von Kohlebrei aus dem Betriebslabor, ebenso der Wassergehalt des Breies. Kohlebreieingang in St 12 und Rohaufschlussausgang wurden gewichtsmässig gleichgesetzt, da in der Kammer keine merklichen Verluste auftreten können. Das Spülöl für die Kammer 12 wurde vom Betrieb angegeben und ausserdem von uns aus den Vorratsänderungen der Behälter kontrolliert. Vom Entspannungsgas in St 13 wurde der gasförmige Teil mit einer Waage gemessen. Diese Messung fiel vom 4. - 7.11. wegen Verstopfung der Meßleitung aus. Für diese Tage wurden Durchschnittswerte der vorhergehenden Tage eingesetzt, umgerechnet auf den jeweiligen Durchsatz. Der kondensierte Teil wurde vom Wasser getrennt und beide Mengen in Flässern abgetapft und gewogen. Das Lösungsmittel + Kohleöl wurde in Kesselwagen gefüllt und dort nochmals gewogen. Letztere Menge wurde eingesetzt. Sie stimmt bis auf 2 % mit den Einzelmessungen über-

ein. Auf dem Schema steht in blauer Schrift die Aufteilung des Rohaufschlusses nach Analysen vom Betriebslabor, in roter Schrift die theoretisch ermittelte Menge. In letzteren Falle wurde Restkohle, Kohleöl (EG₇ + Anteil-Kohleöl im Kesselwagen) und Reaktionswasser als Produkt aus Kohlesubstanz eingesetzt und die Differenz zu der eingesetzten Kohle als Extrakt ermittelt. Dabei zeigte sich, daß im Rohaufschluss nach Analyse die Kohlesubstanz um 86,5 to sich erhöht und um die gleiche Menge sich das Lösungsmittel verringert hatte. Als Kohleöl im Kesselwagen wurde das Destillat aus St 15, wo das gesamte Kesselwagenprodukt destilliert wurde, eingesetzt, der Rückstand als Lösungsmittel. Es konnten hierbei also die über 180° siedenden Kohleöle des Kondensates nicht erfaßt werden. Diese nicht erfassten Kohleölmengen erscheinen in der Bilanz also im Lösungsmittelvorrat. Diese letzteren Mengen entsprechen nach den Analysen aus dem Betriebslabor ungefähr 30 to.

In St 13 konnten alle Produkte bis auf die Restkohle eindeutig ermittelt werden. Die Restkohle wurde errechnet einerseits aus dem abgetriebenen Lösungsmittel der feuchten Restkohle und andererseits aus der dazugehörigen Analyse des Extraktlabors. Da sich diese Restkohlemenge um ungefähr 8 % von der aus der Rohaufschlussanalyse errechneten unterschied, kamen wir mit Herrn Dr. Korsilius und Herrn Döbelstein überein, einen Mittelwert aus diesen beiden Mengen einzusetzen.

Die Infiltratanalyse ergab eine im Reinziltrat Ausgang in St 13 ermittelte Zunahme des Extraktes von 88,7 to gegenüber der Rohaufschlussanalyse und eine Differenz von 175,2 to gegenüber der theoretischen Menge.

Das vom Reinfiltrat herkommende Anreibeöl wurde in dreifachen Messungen ermittelt (Eisbad-Messer Abgabe, Standmessung und Eckardt-Messer Eingang). Auch hier Bau 14 zeigte im Eingang und Ausgang vollkommene Übereinstimmung bis auf unwesentliche, nicht erfaßbare Verluste. Die Analyse des Rückstandes aus St 14 von Herrn Dr. Döring ergab wiederum eine Zunahme des Extraktes um 76,5 to gegenüber dem

Reinfiltrat Ausgang in St 13, also eine Gesamtzunahme von 245,1 t gegenüber der theoretisch ermittelten Menge.

Von dem Destillat in St 14 wurde eine grössere Menge (12,6 %) unter Umgehung von St 38 und St 22 direkt zum Lösungsmittel gefahren. Bau 38 und 22 zeigten keine nennenswerten Verluste.

Das während der Fahrperiode zugegebene Frischtetralin und Cresol ist in dem auf dem Schema als Lösungsmittelanfangsvorrat angegebenen Menge enthalten, ebenso wie sämtliche Vorräte in den einzelnen Bauten. Das Gleiche gilt bei der Vorratsmenge am Ende der Periode. Deshalb spielt auch die Füllung der Leitungen und der Bauten in der Gesamtabrechnung keine Rolle im Gegensatz zu der täglichen Abrechnung. Die am Schluss in den Behältern in St 23 und den anderen Bauten übrig gebliebenen Vorräte wurden sinngemäss nach Analyse auf den ganzen Prozess umgerechnet, sodass das Schema eine Fahrweise zeigt, die nur mit Rohprodukten beginnt, und in gleicher Weise alle Vorräte aufgearbeitet hat. Dadurch sind auch kleine Differenzen zu erklären, die durch Addition aus beiden Monatsabrechnungen entstehen.

Alle grösseren und kleineren, nicht mit Standmessungen versehenen Behälter wurden täglich von einer eigens hierzu abgerichteten Arbeiterkolonne pünktlich jeden Morgen um 5 Uhr abgestochen.

W. Schmidt

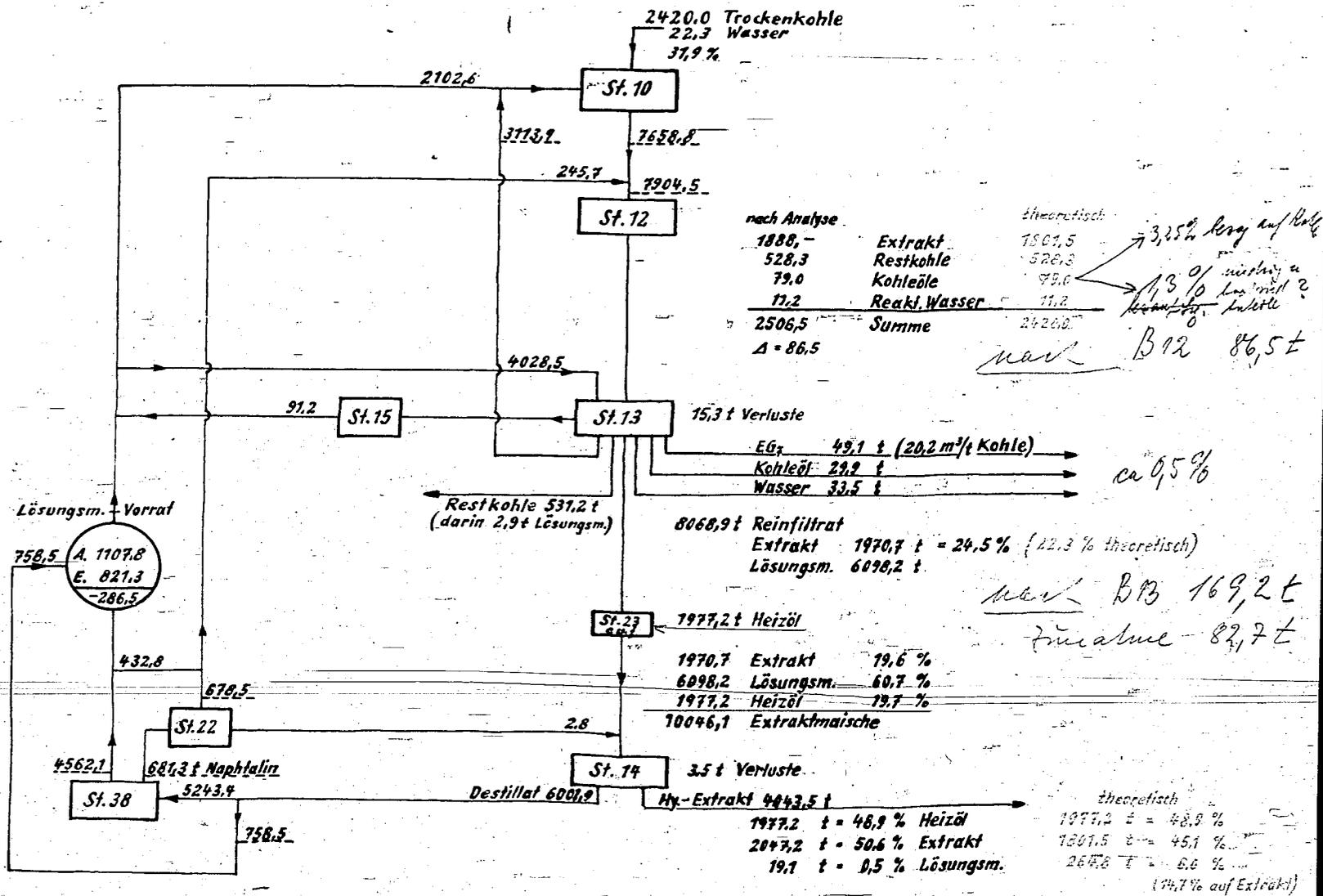
P. Schmidt

W. Schmidt

W. Schmidt

D.: Dr. Wi/Dr. Fre/Pi/Bo/Schm/Ma/Lo.

Extraktion



Zugang neu:	2420,0 t Kohle	
	1977,2 t Heizöl	4397,2 t
Ausgang :	2047,2 t Extrakt	
	1977,2 t Heizöl	
	19,1 t Lösungsm.	
	49,1 t EG ₇	
	29,9 t Kohleöl	
	11,2 t Wasser	
	531,2 t Restkohle	4664,9 t
	Differenz	267,7 t
	Verluste	18,8 t
	Lösungsm.-Verluste	286,5 t

Handwritten notes:
 nach B14 245,7 t
 Finalmenge 76,5 t

Handwritten notes:
 Verluste B13 15,3 t
 B14 3,5 t
 in Kohleöl 19,1 t
 in Restkohle 2,9 t
 40,8 t
 245,7
 286,5

R U H R Ö L G.m.b.H.

Boottrop, den 22.12.38.

Bag Target

2733 - 074.11

Herrn Dr. Frese,
" O.I. Richter,
" Dr. Schmitz,
" Dr. Thomas, ✓
" Dr. Ibing,
Betriebskontrolle.

Ich bitte die Obengenannten, sowohl über den früheren Bericht des Herrn Dr. Müller über Einfluss von Temperatur und Verweilzeit auf Kohleaufschluss mit Tetralin-Kresol, als auch über seinen Bericht vom 5.12.38, welcher sich noch im Umlauf befindet, über Bilanz der Kohleextraktion, mir eine schriftliche Stellungnahme bis spätestens zum 31.12.38 einzureichen.

