

R U H R Ö L G. m. b. H.
Dr. Wi./Bu.

Bottrop, den 21.12.1938.

Bag Target
273 315 0/4.11

Plan für den Extraktions-Versuch mit eigenem Lösungsmittel.
Beginn des Versuchs am 2.1.39.

Die Extraktion (Kammer 12) fährt 16 Stunden am Tag.
Einspritzung:

5 t Kohlen + 10 t Lösungsmittel/st.
= 80 t Kohlen/Tg + 160 t Lösungsmittel/Tag
(3 1/3% Kohle-Konzentration)
ergibt ^{ca} 240 t/Tg. Reinfiltrat mit 27,2% Extrakt = ^{ca} 60 t/Tg. Extrakt.

Im Bau 15: Im 24-Stunden-Betrieb werden 100 t Reinfiltrat pro
Tag verarbeitet

= ^{ca} 25 t pro Tag Extrakt.

Es bleiben für die Hydrierung über:

35 t Extrakt = 1,38 t pro Stunde.

Es fallen an:

75 t Lösungsmittel aus Bau 15

50 t Mittelöl aus Kammer 17 (= 28% von 180 t Abstreifer)

Sa. 125 t, d.h. jeden Tag fehlen 37 t Lösungsmittel.

Bei Beginn des Versuchs stehen mindestens 1200 t Lösungsmittel zur
Verfügung. Nach ⁵⁶⁰ 4 Tagen sind also

⁵⁶⁰ 4 x 140 t Reinfiltrat = 560 t (mit 40 t Lösungsmittel)

gestapelt. Dann muss Bau 14 anfahren und ergänzt das Lösungsmittel,
das sind für jeden Extraktionsbetriebstag 37 t. Bei durchgehendem
Betrieb in Bau 14 wären zu destillieren pro Tag:

140 t Reinfiltrat (mit 35 t Extrakt)

35 t Pechdestillat (möglichst wenig unter 300°)

Sa. 159 t : 24 = 6,6 t/st.

175 : 24 = 7,3 t/st

Es fallen also an:

¹⁶⁵ 87 t Lösungsmittel +
⁷⁰ 72 t Extraktmaische.

Von den ¹⁶⁵ 87 t Lösungsmittel gehen ⁵⁵ 55 t zurück als Lösungsmittel und 50 t werden als Mittelöl verkauft.

Das Lösungsmittel im Kreislauf setzt sich nach einer gewissen Zeit wie folgt zusammen:

75 t aus Bau 15
55 t aus Bau 14
50 t aus Bau 17

Sa. 160 t, ¹⁸⁰ (davon 20 t als Verlustmittel für 1938)

d.h. 31,2% frisch hydriertes Lösungsmittel werden ständig zugesetzt.

Mit dem so zusammengesetzten Lösungsmittel muss sich die Extraktion durchhalten lassen, wenn die Kammer 17 nicht mit zusätzlichem Mittelöl (als Lösungsmittel) belastet werden soll.

Die Kammer 17 hat folgende Einspritzung:

^{1,45} { 1,38 t Extrakt
^{1,45} { 1,62 t Pechdestillat (beigemischt)
^{1,5} { 0,8 t Pech } Teer
 { 0,7 t Teeröl }

2,4 Seil
1,5
3,9 ~ 4 t

^{3,6 Pech} { 2,3 t Pech
^{2,4 Seil} { 3,6 t Pechdestillat und Anthracenöl
^{4,0} 4,0 t Entschlammung

14.40 t Einspritzung = 12 000 l Einspritzung/st.
=====

Nur wenn dieser Plan durchgeführt werden kann, ist es möglich, die Produktion in der Kammer 17 auf mindestens 180 t Abstreifer täglich zu halten, d.h. es findet keine Beeinträchtigung der Hydrierkammer durch den mitlaufenden Extraktionsversuch statt.

Ich bitte die einzelnen Herren evtl. Bedenken gegen diesen Plan vorzubringen. Besprechung darüber findet am Donnerstag, dem 22.12.38, 11.00 Uhr, statt.

D'dr.: Herrn Hugo Stinnes, Mülheim,
" Dir. Dr. Eroche,
" Dir. Dr. Winkler,
" Dr. Frese,
" O. I. Richter,
" Dr. Tho., Dr. Schm., Dr. Ib.

Untersuchung über die Löslichkeit

Die Löslichkeit des Rohaufschlusses in Wasser wurde bei 20°C untersucht. Die Löslichkeit betrug 80:200 in Wasser. Die Löslichkeit in anderen Lösungsmitteln wurde ebenfalls untersucht. Die Löslichkeit in Äther betrug 10:100. Die Löslichkeit in Benzol betrug 10:100. Die Löslichkeit in Chloroform betrug 10:100. Die Löslichkeit in Toluol betrug 10:100. Die Löslichkeit in Aceton betrug 10:100. Die Löslichkeit in Ethanol betrug 10:100. Die Löslichkeit in Methylalkohol betrug 10:100. Die Löslichkeit in Natriumacetat betrug 10:100. Die Löslichkeit in Natriumcarbonat betrug 10:100. Die Löslichkeit in Natriumchlorid betrug 10:100. Die Löslichkeit in Natriumsulfat betrug 10:100. Die Löslichkeit in Natriumnitrat betrug 10:100. Die Löslichkeit in Natriumphosphat betrug 10:100. Die Löslichkeit in Natriumborhydrid betrug 10:100. Die Löslichkeit in Natriumcyanid betrug 10:100. Die Löslichkeit in Natriumazid betrug 10:100. Die Löslichkeit in Natriumazetat betrug 10:100. Die Löslichkeit in Natriumacetat betrug 10:100. Die Löslichkeit in Natriumcarbonat betrug 10:100. Die Löslichkeit in Natriumchlorid betrug 10:100. Die Löslichkeit in Natriumsulfat betrug 10:100. Die Löslichkeit in Natriumnitrat betrug 10:100. Die Löslichkeit in Natriumphosphat betrug 10:100. Die Löslichkeit in Natriumborhydrid betrug 10:100. Die Löslichkeit in Natriumcyanid betrug 10:100. Die Löslichkeit in Natriumazid betrug 10:100. Die Löslichkeit in Natriumazetat betrug 10:100.

1. Reihe
2. Reihe
3. Reihe

Die Löslichkeit des Rohaufschlusses in Wasser wurde bei 40°C, 2 h untersucht. Die Löslichkeit betrug 80:200 in Wasser. Die Löslichkeit in anderen Lösungsmitteln wurde ebenfalls untersucht. Die Löslichkeit in Äther betrug 10:100. Die Löslichkeit in Benzol betrug 10:100. Die Löslichkeit in Chloroform betrug 10:100. Die Löslichkeit in Toluol betrug 10:100. Die Löslichkeit in Aceton betrug 10:100. Die Löslichkeit in Ethanol betrug 10:100. Die Löslichkeit in Methylalkohol betrug 10:100. Die Löslichkeit in Natriumacetat betrug 10:100. Die Löslichkeit in Natriumcarbonat betrug 10:100. Die Löslichkeit in Natriumchlorid betrug 10:100. Die Löslichkeit in Natriumsulfat betrug 10:100. Die Löslichkeit in Natriumnitrat betrug 10:100. Die Löslichkeit in Natriumphosphat betrug 10:100. Die Löslichkeit in Natriumborhydrid betrug 10:100. Die Löslichkeit in Natriumcyanid betrug 10:100. Die Löslichkeit in Natriumazid betrug 10:100. Die Löslichkeit in Natriumazetat betrug 10:100.

Die Löslichkeit des Rohaufschlusses in Wasser wurde bei 39°C, 2 h untersucht. Die Löslichkeit betrug 82:100 in Wasser. Die Löslichkeit in anderen Lösungsmitteln wurde ebenfalls untersucht. Die Löslichkeit in Äther betrug 10:100. Die Löslichkeit in Benzol betrug 10:100. Die Löslichkeit in Chloroform betrug 10:100. Die Löslichkeit in Toluol betrug 10:100. Die Löslichkeit in Aceton betrug 10:100. Die Löslichkeit in Ethanol betrug 10:100. Die Löslichkeit in Methylalkohol betrug 10:100. Die Löslichkeit in Natriumacetat betrug 10:100. Die Löslichkeit in Natriumcarbonat betrug 10:100. Die Löslichkeit in Natriumchlorid betrug 10:100. Die Löslichkeit in Natriumsulfat betrug 10:100. Die Löslichkeit in Natriumnitrat betrug 10:100. Die Löslichkeit in Natriumphosphat betrug 10:100. Die Löslichkeit in Natriumborhydrid betrug 10:100. Die Löslichkeit in Natriumcyanid betrug 10:100. Die Löslichkeit in Natriumazid betrug 10:100. Die Löslichkeit in Natriumazetat betrug 10:100.

Ich setzte bei 300° an den Versuch an, vorerst war, wenn bei 385°
trief noch Verschluss ein. Bei 300° war der Verschluss nicht verkocht,
aber unfiltrierbar. Ich konnte mich nicht, daß bei der Destillation
des Filtrates bis 250° in Vakuum nachziehende Kohle mit in
das Destillat gelangten, die das Destillat verunreinigten und zum
Aufschluss unbrauchbar machten. Deshalb wurde das für die dritte
Reihe vorbereitete Lösungsmittel nochmals destilliert, aber nur
bis 230° bei gewöhnlichem Druck. Nach dieser Destillation war das
Lösungsmittel wieder brauchbar, aber die optimale Temperatur wurde
wieder bei 385° hergestellt und es wurden Aufschlusgrade von 82,8 %
erreicht. Die Filtrierbarkeit ließ z.T. noch immer zu wünschen
übrig.

Nach Aufarbeitung des Lösungsmittels der dritten Reihe
stellte es sich bei Fahren der vierten Reihe heraus, daß alle Auf-
schlüsse gleich ob bei 400°, 390°, 385° oder 380° gefahren wurde,
entweder verkocht oder unfiltrierbar waren, so daß die Reihe abge-
brochen werden musste.

Um den Ursachen dieser Anomalie nachzugehen, wurde
die Temperatureichung des Autoklaven nochmals nachgeprüft und es
stellte sich heraus, daß die ~~Strecke~~ ^{Temperatur}kurve der Thermometer nicht mehr
stimmte. wir waren von vornherein um 10 - 15° zu hoch gefahren.

Diese Tatsache gab uns nun ein aufschlussreiches Bild über
den Vorgang. Man musste also annehmen, daß durch diese höhere Auf-
schlusstemperatur neben der Kohleextraktion auch eine erhöhte Bil-
dung von Kohleölen vor sich gegangen war durch die zu hohe Tempera-
tur der in Lösung gegangenen Kohleteile. Es muss also eine Krackung
von Extraktteilchen vor sich gegangen sein.

Ich möchte annehmen, daß diese Krackperiode produkte
stark ungesättigter Natur sind und bei weiterer Verwendung des

Die Qualität der Aufschlüsse ist sich im wesentlichen schon sehr stark geändert. Es ist es auch, wie wir bei der zweiten Reihe schon nicht mehr bei 400° verfahren konnten. Denn man kann sich gut vorstellen, daß diese Prozesse umso mehr abgebaut werden, je höher die Temperatur ist. Bei 300° konnte dann wohl noch ein guter Aufschluß erhalten werden, aber der Aufschlußgrad war schon entsprechend der 10° niedrigeren Temperatur von 86% auf ca. 82% - 83% abgesunken. Mit der Annäherung der Schmelztemperatur dann langsam der Umsatz eintreten, wo nur noch bei niedrigeren Temperaturen Aufschlüsse gefahren werden konnten, die nicht verkocht waren. Aber da liegt auch schon die Grenze der Filtrierbarkeit. Die Aufschlüsse sind nicht mehr genügend depolymerisiert um durch die Filter zu gehen.

Nachdem wir nun unsere Autoklaven neu geeicht hatten, wurde ein neuer Kreislaufversuch angefahren und zwar wiederum bei 400° und 2 Stunden Verweilzeit. Wegen der großen Verluste beim Aufarbeiten des Rohaufschlusses zu Reinfiltrat wurde von den Rohaufschlüssen nur die Filtrierbarkeit gemessen und alle 5 Aufschlüsse der Aufschlußgrad kontrolliert, im übrigen wurde der Rohaufschluß, so wie er aus dem Autoklaven kam, in die Destillierblase eingepackt und das Lösungsmittel bis 230° bei gewöhnlichem Druck abdestilliert. Weiter wurde so verfahren wie bei dem ersten Kreislaufversuch. Die erste Reihe wurde mit 20 Aufschlüssen gefahren. Alle Aufschlüsse hatten gute Filtrierbarkeit und Aufschlußgrade von 84 - 86%.

Bei der zweiten Reihe waren auch wieder 400°, 2 h die optimalen Aufschlußbedingungen. Die Aufschlüsse hatten gute Filtrierbarkeit und Aufschlußgrade von ca. 83 - 86%.

... 20, 25, 30, 40, 50, 60, 70, 80, 90, 100, 110, 120, 130, 140, 150, 160, 170, 180, 190, 200, 210, 220, 230, 240, 250, 260, 270, 280, 290, 300, 310, 320, 330, 340, 350, 360, 370, 380, 390, 400, 410, 420, 430, 440, 450, 460, 470, 480, 490, 500, 510, 520, 530, 540, 550, 560, 570, 580, 590, 600, 610, 620, 630, 640, 650, 660, 670, 680, 690, 700, 710, 720, 730, 740, 750, 760, 770, 780, 790, 800, 810, 820, 830, 840, 850, 860, 870, 880, 890, 900, 910, 920, 930, 940, 950, 960, 970, 980, 990, 1000

... 20, 25, 30, 40, 50, 60, 70, 80, 90, 100, 110, 120, 130, 140, 150, 160, 170, 180, 190, 200, 210, 220, 230, 240, 250, 260, 270, 280, 290, 300, 310, 320, 330, 340, 350, 360, 370, 380, 390, 400, 410, 420, 430, 440, 450, 460, 470, 480, 490, 500, 510, 520, 530, 540, 550, 560, 570, 580, 590, 600, 610, 620, 630, 640, 650, 660, 670, 680, 690, 700, 710, 720, 730, 740, 750, 760, 770, 780, 790, 800, 810, 820, 830, 840, 850, 860, 870, 880, 890, 900, 910, 920, 930, 940, 950, 960, 970, 980, 990, 1000

... 20, 25, 30, 40, 50, 60, 70, 80, 90, 100, 110, 120, 130, 140, 150, 160, 170, 180, 190, 200, 210, 220, 230, 240, 250, 260, 270, 280, 290, 300, 310, 320, 330, 340, 350, 360, 370, 380, 390, 400, 410, 420, 430, 440, 450, 460, 470, 480, 490, 500, 510, 520, 530, 540, 550, 560, 570, 580, 590, 600, 610, 620, 630, 640, 650, 660, 670, 680, 690, 700, 710, 720, 730, 740, 750, 760, 770, 780, 790, 800, 810, 820, 830, 840, 850, 860, 870, 880, 890, 900, 910, 920, 930, 940, 950, 960, 970, 980, 990, 1000

gez.: Dr. Müller.

Karnap, den 5. Dezember 1938.

Bag Target
2733 - 0/4.11

Bilanz der Kohleextraktion.

Bei dem Grossversuch der Kohleextraktion im Oktober und November traten gewisse Lösungsmittelverluste auf. Diese Verluste betragen bis zu 14 %, bezogen auf Extrakt. Der fehlende Anteil des Lösungsmittels ging zugunsten des Extraktes verloren und es wurde deshalb die Ansicht ausgesprochen, dass zwischen dem Tetralin und dem Extrakt Kondensationen eintrügen. Bei unseren früheren Versuchen haben wir nie solche Verluste beobachtet. Es hätte dann ja auch bei den früheren Bilanzversuchen schon ein solch grosser Fehler bemerkt werden müssen. Dessen ungeachtet wurden im Hydratlabor nochmals ein genauer Bilanzversuch der Kohleextraktion durchgeführt; das Resultat ersieht man am besten aus der folgenden Übersicht.

Der Aufschlussgrad des Bilanzversuches betrug 87,06 %, bezogen auf Reinkohle.

Das Lösungsmittel wurde bis 240°/10 mm abgetrieben.

Der Schmelzpunkt des Extraktes betrug 189°; der Aschgehalt des Extraktes 0,1 %.

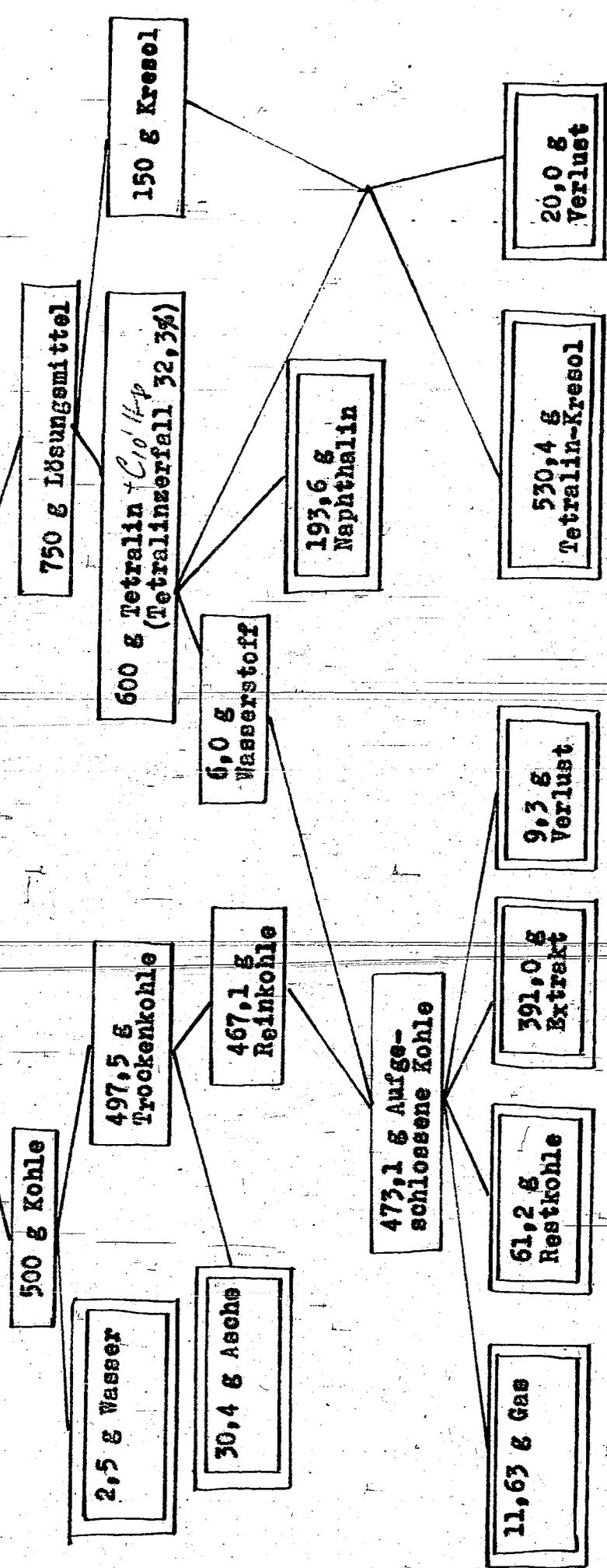
-2-

Zurück an /
St. Esce
St. Schütz 7.24/12
O. F. Richter
Betriebskontrolle

Bilanz Steinkohleextraktion 400° 2 Std.

Einsatz: 500 g Kohle

750 g Lösungsmittel



Wenn man von 500 g Kohle ausgeht, muss man zu der Extraktbilanz den aus dem Lösungsmittel in die Kohle übergetretenen Wasserstoff zurechnen und umgekehrt von den 750 g Lösungsmittel abziehen. Der in den Extrakt gehende Wasserstoff beträgt gewichtsmässig 6 g. Wir gehen deshalb bei der Berechnung der Bilanz einfacher Weise von 506 g Kohle + Wasserstoff und von 744 g Lösungsmittel - Wasserstoff aus. Im folgenden eine Tabelle der Bilanz in Prozenten ausgedrückt, getrennt für Kohle und Lösungsmittel:

<u>Extraktbilanz</u>			
11,63 g	=	2,3 %	Gas
30,4 g	=	6,1 %	Asche
2,5 g	=	0,5 %	Wasser
61,2 g	=	12,1 %	Restkohle
391,0 g	=	77,2 %	Extrakt
9,3 g	=	1,8 %	Verlust
<u>506,0 g</u>		<u>100,0 %</u>	

<u>Lösungsmittelbilanz</u>			
530,4 g	=	71,3 %	Tetralin-Kresol
193,6 g	=	26,0 %	Naphthalin
20,0 g	=	2,7 %	Verlust
<u>744,0 g</u>		<u>100,0 %</u>	

Die Verluste betragen im ganzen 29,3 g. Diese traten hauptsächlich ein bei der Filtration und der Destillation. Bei der Filtration sind es wohl die im Rohaufschluss noch gelösten Gase und ganz niedrig siedende Kohlenwasserstoffe, die trotz Hinterschaltung von 2 Tiefkühlgefässen durch das Vakuum mitgerissen werden. Hierbei gingen 17,3 g verlustig. Dazu kommen noch 12 g Verlust bei der Destillation, die ebenfalls durch Vakuum mitgerissen sein dürften, ausserdem gehen natürlich die geringen Verluste durch Hängenbleiben von Öl und Extrakt in der Apparatur in diese Zahlen mit ein.

Es dürften diese Verluste auch bei sorgfältigstem Arbeiten mit den Autoklaven kaum unterschritten werden können. Aus der Bilanz geht aber ganz eindeutig hervor, dass wir keine Zunahme an Extrakt bekommen zuungunsten des Lösungsmittels. Bei einer solchen

Zunahme der Extraktmenge um 14 %, bez. auf Extrakt, hätten wir rd. 55 g mehr bei der Extraktbilanz und dasselbe weniger bei der Lösungsmittelbilanz finden müssen. Das sind aber solch grosse Mengen, die uns auch bei ganz oberflächlicher Arbeit nicht hätten entgehen können.

Ich bin deshalb der Ansicht, dass die Verluste an Lösungsmittel, die sich in Welheim ergeben haben, nicht auf einen chemischen Vorgang zurückzuführen sind. Ein chemischer Vorgang, wie die angenommene Kondensation des Tetralin mit dem Extrakt, würde sich unter allen Umständen auch beim Kleinversuch bemerkbar machen, zumal bei solchen Ausmassen, wie es in Welheim der Fall war.

gez. Müller.

Dr. Tho/Br.

Bottrop-Boy, den 7. Juli 1938.

Bag Target
2733 - O/4¹ 1
Aktennotiz.

Betrifft: Versuche über die Herstellung der Extraktmaische in Bau 14.

Zu dem Versuch wurde ein Reinfiltrat verwendet, das von Bau 44 geliefert war. Das Reinfiltrat war gewonnen durch einen Steinkohleaufschluß mit entbenzinierten, getropptem Abstreifer (Fraktion 195-350° C) und hatte eine Extraktkonzentration von ca. 28 %.

Versuch II

Das Reinfiltrat wurde auf 60 % eingeeengt d. h., der Rückstand enthielt 47 % Extrakt und 53 % Öl. Es wurde eine Viskosität von 6°-E bei 130° und ein Stockpunkt von 45° C

ermittelt. Die Siedeanalyse des Destillates hatte folgende Zusammensetzung:

Siedebeginn: 171° C

<u>Vol. %</u>	<u>°C</u>	<u>°C</u>	<u>Vol. %</u>
5	199		
15	209	340	99
25	213		
35	221		
45	228		
55	236		
65	249		
75	264		
85	285		
95	328		
<u>Rückstand:</u>	0,5 %		
<u>Verlust:</u>	0,5 %		

Versuch II:

Das Reinfiltrat wurde bis auf 50 % eingengt
d. h., der Rückstand setzte sich zusammen aus 56 % Extrakt und 44 %
Öl und hatte eine

Viskosität von 27° B bei 130° und einen
Stockpunkt von 75° C.

Das Destillat hatte folgende Siedeanalyse:

Siedebeginn: 176° C

Vol. %	°C	°C	Vol. %
5	203		
15	212	195	3,5
25	216	200	4,0
35	228	220	27,0
45	237	300	85,0
55	248	343	99,0
65	264		
75	278		
85	300		
95	326		
<u>Rückstand: 0,5 %</u>			
<u>Verlust: 0,5 %</u>			

Aus beiden Siedeanalysen geht eindeutig hervor,
daß sich bei der Extraktion der Kohle Kohleöle gebildet haben, denn
während das Ausgangs-Lösungsmittel einen Siedebeginn von 191° hatte
und bis 195° ----- 1,5 % übergangen, hatte das Lösungsmittel nach der
Extraktion einen Siedebeginn von 171 bzw. 176° und bis 195° gingen
3,5 % über. Höher siedende Anteile der Kohleöle sind naturgemäß auch
in den höher siedenden Fraktionen.

Allgemein geht aus den Versuchen noch hervor,
daß auf Grund dieser Versuche eine Extraktionsmaische von wesentlich
über 55 % Extraktgehalt kaum verwendbar sein wird, da die Viskosität
zu stark ansteigt.

B'dr.: H. Dir. Dr. Bro/H. Dir. Dr. Win/H. Dr. Schmi./H. Dr. Dö./H. Dr. Tho.

Aktennotiz.

Betrifft: Versuche über die Herstellung der Extraktmaische in Bau 14.

Zu dem Versuch wurde ein Reinfiltrat verwendet, das von Bau 44 geliefert war. Das Reinfiltrat war gewonnen durch einen Steinkohleaufschluß mit entbenzinierten, getopptem Abstreifer (Fraktion 195-350° C) und hatte eine Extraktkonzentration von ca. 28 %.

Versuch I:

Das Reinfiltrat wurde auf 60 % eingeeengt d. h., der Rückstand enthielt 47 % Extrakt und 53 % Öl. Es wurde eine Viskosität von 6° E bei 130° und ein Stoßpunkt von 45°

ermittelt. Die Siedeanalyse des Destillates hatte folgende Zusammensetzung:

Siedebeginn: 171° C

<u>Vol. %</u>	<u>°C</u>	<u>°C</u>	<u>Vol. %</u>
5	199		
15	209	340	99
25	213		
35	221		
45	228		
55	236		
65	249		
75	264		
85	285		
95	328		
<u>Rückstand:</u> 0,5 %			
<u>Verlust:</u> 0,5 %			

Versuch II:

Das Reinfiltrat wurde bis auf 50 % eingeeengt
d. h., der Rückstand setzte sich zusammen aus 56 % Extrakt und 44 %
Öl und hatte eine

Viskosität von 27° B bei 130° und einen
Stockpunkt von 75° C.

Das Destillat hatte folgende Siedeanalyse:

Siedebeginn: 176° C

<u>Vol. %</u>	<u>°C</u>	<u>°C</u>	<u>Vol. %</u>
5	203		
15	212	195	3,5
25	216	200	4,0
35	223	220	27,0
45	237	300	85,0
55	243	343	99,0
65	264		
75	278		
85	300		
95	326		
<u>Rückstand:</u>	0,5 %		
<u>Verlust:</u>	0,5 %		

Aus beiden Siedeanalysen geht eindeutig hervor,
daß sich bei der Extraktion der Kohle Kohleöle gebildet haben, denn
während das Ausgangs-Lösungsmittel einen Siedebeginn von 191° hatte
und bis 195° ----- 1,5 % übergingen, hatte das Lösungsmittel nach der
Extraktion einen Siedebeginn von 171 bzw. 176° und bis 195° gingen
3,5 % über. Höher siedende Anteile der Kohleöle sind naturgemäß auch
in den höher siedenden Fraktionen.

Allgemein geht aus den Versuchen noch hervor,
daß auf Grund dieser Versuche eine Extraktionsmischung von wesentlich
über 55 % Extraktgehalt kaum verwendbar sein wird, da die Viskosität
zu stark ansteigt.

Dir.: H. Dir. Dr. Bro/H. Dir. Dr. Win/H. Dr. Schmi./H. Dr. Dö./H. Dr. Tho.

Aktennotiz.

Betrifft: Versuche über die Herstellung der Extraktmische in Bau 14.

Zu dem Versuch wurde ein Reinfiltrat verwendet, das von Bau 44 geliefert war. Das Reinfiltrat war gewonnen durch einen Steinkohleaufschluß mit entbenziniertem, gestopptem Abstreifer (Fraktion 195-350° C) und hatte eine Extraktkonzentration von ca. 28 %.

Versuch I:

Das Reinfiltrat wurde auf 60 % eingeeengt d. h., der Rückstand enthielt 47 % Extrakt und 53 % Öl. Es wurde eine Viskosität von 6° B bei 130° und ein Siedepunkt von 45° C

ermittelt. Die Siedeanalyse des Destillates hatte folgende Zusammensetzung:

Siedebeginn: 171° C

Vol. %	°C	°C	Vol. %
5	199		
15	209	340	99
25	213		
35	221		
45	228		
55	236		
65	249		
75	264		
85	285		
95	328		

Rückstand: 0,5 %

Verlust: 0,5 %

Versuch II:

Das Reinfiltrat wurde bis auf 50 % eingeeengt
d. h., der Rückstand setzte sich zusammen aus 56 % Extrakt und 44 %
Öl und hatte eine

Viskosität von 27° E bei 130° und einen
Siedepunkt von 75° C.

Das Destillat hatte folgende Siedeanalyse:

Siedebeginn: 176° C

<u>Vol. %</u>	<u>°C</u>	<u>°C</u>	<u>Vol. %</u>
5	205		
15	212	195	3,5
25	216	200	4,0
35	228	220	27,0
45	257	300	85,0
55	248	345	99,0
65	264		
75	278		
85	300		
95	326		
<u>Rückstand:</u>	0,5 %		
<u>Verlust:</u>	0,5 %		

Aus beiden Siedeanalysen geht eindeutig hervor,
daß sich bei der Extraktion der Kohle Kohleöle gebildet haben, denn
während das Ausgangs-Lösungsmittel einen Siedebeginn von 191° hatte
und bis 195° ----- 1,5 % übergingen, hatte das Lösungsmittel nach der
Extraktion einen Siedebeginn von 171 bzw. 176° und bis 195° gingen
3,5 % über. Höher siedende Anteile der Kohleöle sind naturgemäß auch
in den höher siedenden Fraktionen.

Allgemein geht aus den Versuchen nach hervor,
daß auf Grund dieser Versuche eine Extraktionsmischung von wesentlich
über 55 % Extraktgehalt kaum verwendbar sein wird, da die Viskosität
zu stark ansteigt.

Dir.: H. Dir. Dr. Bro/H. Dir. Dr. Win/H. Dr. Schmi./H. Dr. Bö./H. Dr. Tho.

1/ Destillation Bau 20 u. 21

Fraktionsbezeichnung: Obfraktion (40% des Gesamt.)
 Zeit der Probenahme: 1.7.38.
 Stelle der Probenahme: Behälter
 Verantwortlich für Probenahme: Mann

Analyse Nr.:

Eingang: 20 30 Ausgang: 20 30
 Dichte bei 15°: 1,008
 Englerdestillation: 171°C Sbg.: 171°C

Vol. %	°C	°C	Vol. %
5	199	-	-
15	209	340	99
25	213	-	-
35	221	-	-
45	228	-	-
55	236	-	-
65	249	-	-
75	264	-	-
85	285	-	-
95	328	-	-

Rückstand: 0,5% Tiefkühlgefäß: Spezial
 Verlust: 0,5%

2/

Destillation Bau 20 u. 21

Fraktionsbezeichnung: Ob/Anisfraktion (50% der 4m. - Alkohole)
 Zeit der Probenahme: 2. 7. 38.
 Stelle der Probenahme: Leber II
 Verantwortlich für Probenahme: Hann

Analyse Nr.: _____

Eingang: _____ Ausgang: 1.5. Kollé

Dichte bei 15°: 1.022

Englerdestillation: Er Sbg.: 176 °C

Vol. %	°C	°C	Vol. %
5	203		
15	212	195	3.5
25	216	200	4.0
35	228	220	27.0
45	237	280	85.0
55	248	343	99.0
65	264		
75	278		
85	300		
95	326		

Rückstand: 0.5%

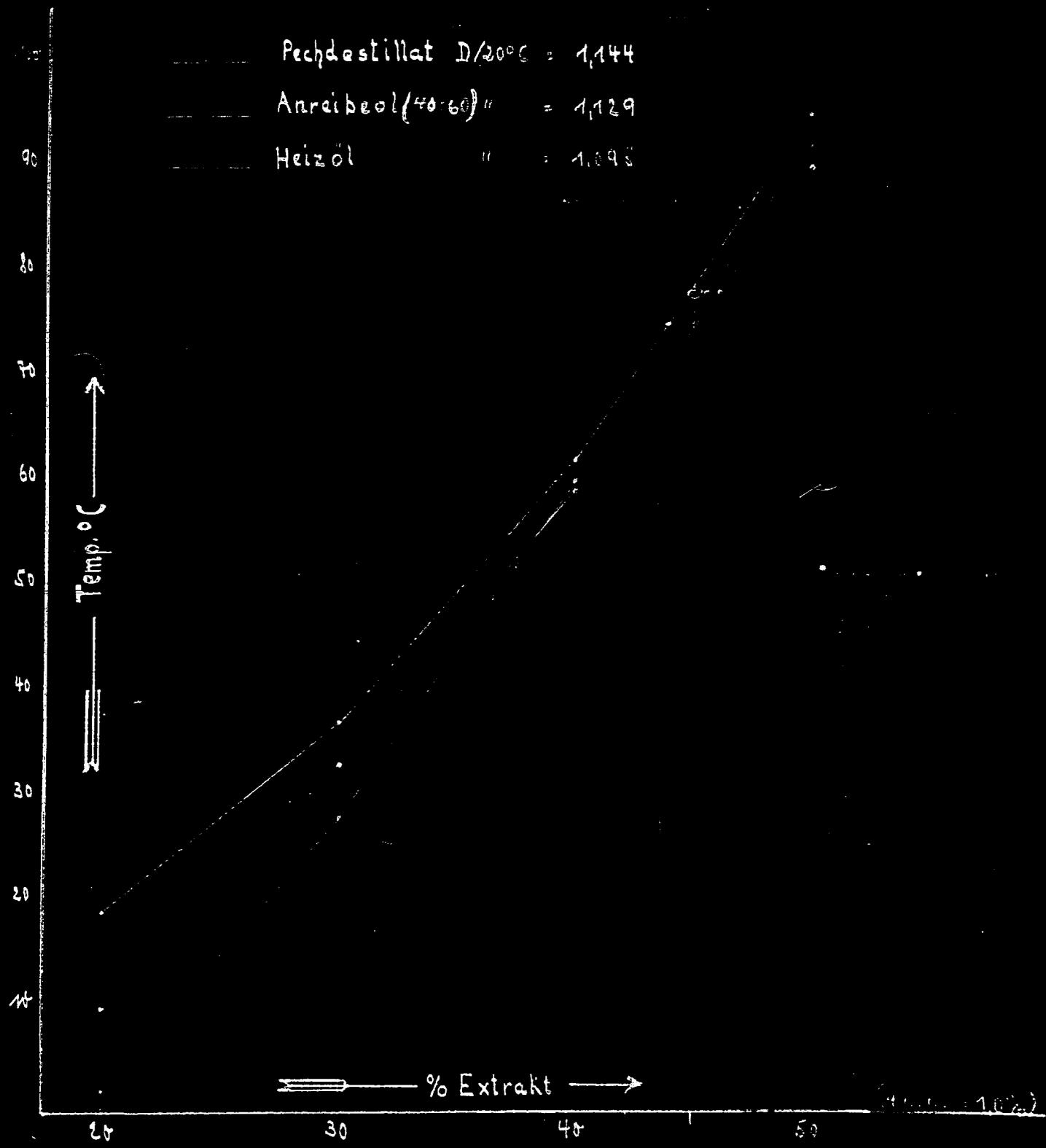
Tiefkühlgefäß: _____

Verlust: 0.5%

Capell

Vordr. Nr. 1207.

Stockpunkt kurven von Extraktgemischen



Hydrat Labor
Dr. W./W.

Experiment

..., den 5.7.38

Bag Target
2738 0/4

Kohlenschlus mit Melheimer Schwerbenzin.

— Es gelangten 2 Schwerbenzine zur Untersuchung, und zwar eines aus der gewöhnlichen Produktion im folgenden genannt Schwerbenzin I und ein anderes, welches anfiel bei Zusatz von Naphthalin zur Mische im folgenden Schwerbenzin II genannt.

Schwerbenzin I.

Dichte/20° = 0,9665

Siedeanalyse

Beginn	190°		
10 %	195"	70 %	201°
20 %	196"	80 %	203"
30 %	197"	90 %	206"
40 %	198"	95 %	207"
50 %	199"	98 %	213"
60 %	200"		

Phenolgehalt : 17,6 %

Schwerbenzin II.

Dichte/20° = 0,9655

Siedeanalyse

Beginn	196°		
10 %	198"	70 %	204°
20 %	199"	80 %	206"
30 %	200"	90 %	209"
40 %	201"	95 %	215"
50 %	202"	98 %	217"
60 %	203"		

Phenolgehalt : 9,6 %

W. Thomas

Aufschlüsse mit Schwerbenzin I.

	Temp.	Zeit	Filterierbarkeit	Aufschlußgrad bez. auf Reinkohle	Bemerkungen
1.)	400°	2 h	45 sec./100 g	65,13 %	etwas verkocht
2.)	390°	2 h	120 sec./100 g	78,90 %	Filterierbarkeit schlecht
3.)	390°	2 h	45 sec./100 g	77,17 %	Filterierbarkeit gut

Aufschlüsse mit Mischungen von Welheim-Lösungsmittel
und Schwerbenzin I.

Mischungsverhältnis	Temp.	Zeit	Filterier- barkeit	Aufschluß- grad	Bemerkungen
80% Welh.-Lösungsmittel 20% Schwerbenzin I	390°	2 h	38 sec.	82,24 %	guter Aufschluß
60% Welh.-Lösungsmittel 40% Schwerbenzin I	390°	2 h	43 sec.	81,81 %	guter Aufschluß
40% Welh.-Lösungsmittel 60% Schwerbenzin I	390°	2 h	39 sec.	79,70 %	guter Aufschluß
20% Welh.-Lösungsmittel 80% Schwerbenzin I	390°	2 h	38 sec.	76,93 %	guter Aufschluß

Der Aufschlußgrad sinkt mit zunehmendem Gehalt an Schwerbenzin I ab. Es scheint dies mit dem niedrigen Tetralingehalt des Schwerbenzin I zusammenzuhängen.

Aufschlüsse mit Schwerbenzin II.

	Temp.	Zeit	Filterierbarkeit	Aufschlußgrad bez. auf Reinkohle	Bemerkungen
1.)	4000	2 h	45 sec./100 g	65,13 %	geringe Verkrustungen
2.)	3900	2 h	33 sec./100 g	76,18 %	guter Aufschluß
3.)	4000	2 h	21 sec./100 g	73,19 %	guter Aufschluß

Aufschlüsse mit Mischungen von Welheim-Lösungsmittel
und Schwerbenzin II.

Mischungsverhältnis	Temp.	Zeit	Filterier- barkeit	Aufschluß- grad	Bemerkungen
80% Welh.-Lösungsmittel 20% Schwerbenzin II	3900	2 h	103 sec.	82,23 %	Filterierbarkeit schlecht
60% Welh.-Lösungsmittel 40% Schwerbenzin II	3900	2 h	25 sec.	83,56 %	guter Aufschluß
40% Welh.-Lösungsmittel 60% Schwerbenzin II	3900	2 h	27 sec.	84,01 %	guter Aufschluß
20% Welh.-Lösungsmittel 80% Schwerbenzin II	3900	2 h	27 sec.	82,99 %	guter Aufschluß

Es zeigte sich bei diesen Versuchen, daß gerade die
Mischungen von Welheim-Lösungsmittel mit Schwerbenzin II
sehr gute Aufschlüsse mit guter Filterierbarkeit geben.

Es war nun sehr wichtig festzustellen, ob die Reinfiltrate der Aufschlüsse mit Schwerbenzin I und II und auch die Reinfiltrate aus den Mischungen von Schwerbenzin mit Welheim-Lösungsmittel keine Ausfällungen zeigen. Es wurde hierbei so vorgegangen, daß einmal die beiden Komponenten Reinfiltrat und Lösungsmittel bei 120-130° zusammengegeben und dann bei 120° filtriert wurden, das andere mal wurden die Komponenten erst zusammengegeben und dann auf 120° angeheizt und filtriert. Es zeigte sich, daß in allen Fällen die Mischungen bei hoher Temperatur günstiger waren in bezug auf die Verhinderung von Extrakt ausfällungen. Jedoch kann man bei allen untersuchten Reinfiltraten mindestens 40 % des angewandten Reinfiltrats an Lösungsmittel zugeben, ohne daß Extrakt ausfällungen auftreten. Diese Mengen Lösungsmittel dürfte aber auch reichlich genügen, um die Restkohle sauber zu spülen. Nachstehend eine Tabelle mit den Resultaten der diesbezüglichen Versuche.

Mischungen von Reinfiltrat Schwerbenzin I und II.

1.) Reinfiltrat aus Schwerbenzin I.

Reinfiltrat	Schwerbenzin I	heiß gemischt und bei 120° filtriert	kalt gemischt, dann aufgeheizt u. bei 120° filtriert
50 g	+ 50 g	3,4% Extraktausfällung	4% Extraktausfällung
50 g	+ 40 g	0,6% " "	0,8% " "
50 g	+ 30 g	keine Extraktausfällung	keine Extraktausfällung
50 g	+ 20 g	" " "	" " "
50 g	+ 10 g	" " "	" " "

2.) Reinfiltrat aus Schwerbenzin II.

Reinfiltrat	Schwerbenzin II	heiß gemischt und bei 120° filtriert	kalt gemischt und dann bei 120° filtriert
50 g	+ 50 g	6% Extraktausfällung	starke Ausfällung
50 g	+ 40 g	4% " "	" "
50 g	+ 30 g	2% " "	" "
50 g	+ 20 g	keine " "	keine Extraktausfällung
50 g	+ 10 g	keine " "	keine " "

3.) Reinfiltrat aus 20% Schwerbenzin II + 80% Weh.-Lösungsmittel.

Reinfiltrat	20% Schwerbenzin II + 80% Weh.-Lösungsm.	heiß gemischt u. bei 120° filtriert	kalt gemischt u. dann bei 120° filtriert.
50 g	+ 50 g	keine Ausfällung	1,2% Ausfällung
50 g	+ 40 g	" "	keine Ausfällung
50 g	+ 30 g	" "	" "
50 g	+ 20 g	" "	" "
50 g	+ 10 g	" "	" "

4.) Reinfiltrat aus 40% Schwerbenzin II + 60% Weh.-Lösungsmittel.

Reinfiltrat	40% Schwerbenzin II 60% Weh. Lösungsmitt.	heiß gemischt und bei 120° filtriert	kalt gemischt u. dann bei 120° filtriert
50 g	+ 50 g	keine Extraktausfällung	1,4% Extraktausfällg.
50 g	+ 40 g	"	keine
50 g	+ 30 g	"	"
50 g	+ 20 g	"	"
50 g	+ 10 g	"	"

5.) Reinfiltrat aus 60% Schwerbenzin II + 40% Weh.-Lösungsmittel.

Reinfiltrat	60% Schwerbenzin II 40% Weh. Lösungsmitt.	heiß gemischt und bei 120° filtriert	kalt gemischt u. dann bei 120° filtriert
50 g	+ 50 g	2% Extraktausfällung	2% Extraktausfällung
50 g	+ 40 g	keine	0,5%
50 g	+ 30 g	"	keine
50 g	+ 20 g	"	"
50 g	+ 10 g	"	"

6.) Reinfiltrat aus 80% Schwerbenzin II + 20% Weh.-Lösungsmittel.

Reinfiltrat	80% Schwerbenzin II 20% Weh. Lösungsmitt.	heiß gemischt u. bei 120° filtriert	kalt gemischt und dann bei 120° filtriert
50 g	+ 50 g	5,8% Extraktausfällung	7,6% Extraktausfällung
50 g	+ 40 g	4,0%	4,4%
50 g	+ 30 g	2,0%	1,6%
50 g	+ 20 g	keine	keine
50 g	+ 10 g	keine	keine

Es interessierte nun ferner zu wissen, welcher chem. Körper dann die Brauchbarkeit des Schwerbenzins I und II als Extraktionslösungsmittel bedingt. Am nächsten lag natürlich der Gedanke, daß in Schwerbenzin erhebliche Mengen Tetralin vorhanden sind. So konnte nur eine Tetralinbestimmung in dem Schwerbenzin Auskunft über diese Verhältnisse geben. Da es eine elementare Tetralinbestimmungsmethode bisher noch nicht gibt, führten wir durch 3maligen Kohleaufschluß mit demselben Lösungsmittel das gesamte Tetralin in Naphtalin über und konnten dann nach Ausschütteln der Phenole aus dem Naphtalininhalt des Restöles auf den Tetralininhalt des GesamtLösungsmittels schließen. Interessant war dabei, daß man mit dem Schwerbenzin nach dem ersten Kohleaufschluß und Destillieren des Lösungsmittels von Kohleaufschluß im Vakuum bei 250° nochmals einen guten Aufschluß machen konnte, ohne daß Verkürstungen oder Verkauten im Reaktor eintrat. Erst beim 3. Aufschluß nach der gleichen Behandlung wie beim 1. Aufschluß traten unbedeutende Verkürstungen auf, so daß man daraus schon auf den restlosen Verbrauch des Tetralins schließen konnte. Auch nahm der Naphtalininhalt zwischen dem 2. und 3. Aufschluß nur noch ganz wenig zu, so daß man positiv sagen kann, daß alles Tetralin in Naphtalin übergeführt ist. Das Schwerbenzin II hat 7% mehr Tetralininhalt als Schwerbenzin I. Man hätte bei einem Zusatz von 2% Naphtalin zur Mischung und bei einer Ausbeute von 3% Schwerbenzin eine Anreicherung des Tetralins im Schwerbenzin II zu 25% erfolgen lassen. Es sind also 72% des zugesetzten Naphtalins z.T. in die Benzolfraktion gewandert, z.T. in Dekalin übergeführt worden, z.T. auch aber auch bei der Hydrierung in niedrigerer Aromaten gespalten worden, die mit in die Benzolfraktion eingegangen sind.

Naphthalinengehalt im Schwerbenzin I und II.

nach dem 2 ten Aufschluß nach dem 3 ten Aufschluß

Schwerbenzin I	35,9 %	39,5 %
Schwerbenzin II	45,0 %	46,5 %

auffallend ist der äußerst niedrige Tetralinzerfall, denn wie schon gesagt, sind trotz des geringen Tetralinangebots mit dem Säuungsmittel 2 Aufschlüsse hintereinander möglich, ohne daß Versäumung eintritt.

Interessant war nun auch die Untersuchung der Zusammensetzung der Schwerbenzin I und II vor und nach der Kohleextraktion.

	Ungesättigte	Aromaten	Naphthene + Aliphate
<u>Schwerbenzin I</u>	38,00 %	62,00 %	-----
Schwerbenzin I nach dem 2 ten Aufschluß	38,00 %	58,50 %	3,50 %
Schwerbenzin I nach dem 3 ten Aufschluß	38,00 %	58,20 %	3,80 %
<u>Schwerbenzin II.</u>	30,00 %	70,00 %	-----
Schwerbenzin II nach dem 2 ten Aufschluß	30,00 %	68,50 %	1,50 %
Schwerbenzin II nach dem 3 ten Aufschluß	30,00 %	66,26 %	3,74 %

Wir beobachteten also neben dem hohen Gehalt an Tetralin auch einen erheblichen Gehalt an Ungesättigten. Ferner fanden wir nach dem Extraktionsprozess im Lösungsmittel geringe Gehalte an Naphthenen vor. Diese Naphthene wurden abgetrennt und nach Waschen mit NaOH und Wasser destilliert. Sie gingen bei etwa 180° - 200° über und hatten den typischen Geruch des Dekalins. Bei dem Extraktionsprozess mit Schwerbenzin findet also in geringem Maße eine Disproportionierung von Tetralin statt in Naphthalin und Dekalin. Wenn der Prozentgehalt von Dekalin im Anfang auch klein ist, so kann er doch bei wiederholtem Gebrauch des Lösungsmittels größer werden, und es ist notwendig daraufhin beim Grobbetrieb zu achten. Wahrscheinlich wird aber das Dekalin mit in die Leichtbenzinfraction destilliert werden (bp. 185°).

Zum Schluss seien noch einige Elementaranalysen aufgeführt, die zeigen, wie die Schwerbenzine I und II nach dem 1 ten, 2 ten und 3 ten Aufschluß ihren Wasserstoff abgeben und zu einem Endöl mit gleichem Wasserstoffgehalt gelangen. Beim Schwerbenzin I ist die Summe von C + H etwas geringer, da das Schwerbenzin I ja mehr Aromole enthält.

	Schwerbenzin I			Schwerbenzin II		
	C	H	C + H	C	H	C + H
vor dem Aufschluß	87,46%	8,85%	96,31%	89,74%	8,95%	98,69%
nach dem 1. "	88,22%	8,10%	96,32%	90,01%	8,26%	98,27%
nach dem 2. "	88,11%	8,01%	96,12%	90,33%	8,11%	98,44%
nach dem 3. "	88,76%	8,00%	96,76%	90,50%	7,86%	98,36%

Nur beim 1 ten Aufschluss nimmt der Wasserstoffgehalt rapide ab. Beim 2 ten Aufschluss liegt die Wasserstoffabnahme schon innerhalb der Fehlergrenze der Elementaranalyse. Trotzdem ließen sich aber mit dem Destillat aus dem 1 ten Aufschluss einwandfreie Aufschlüsse ohne Verkokung und mit guter Filtrierbarkeit erzielen. Es sieht hiernach fast so aus, als wenn auch ohne großen Tetralinzerfall beim 2 ten Aufschluss noch Lösung der Kohle eingetreten ist und zwar so, daß bei dem geringen Tetralinangebot dieses zweiten Aufschlusses die Lösung der Kohle durch Öle mehr aromatischen Charakters erfolgt, wobei nur noch ganz geringe Hydrierung des Extraktes durch das noch vorhandene Tetralin eintritt.

gez.: Dr. Müller.

Dr. Dö/Br.

Bottrop-Boy, den 22. Juni 1938.

Bag

2733

Target

Trennung eines Teiles des Lösungsmittels
von einem Extrakt-Lösungsmittelgemisch
durch Destillation mit Hempelkolonne.

Es soll hierbei festgestellt werden, in welcher Konzentration das Naphtalin im Rückstand verbleibt.

Ausgangsprodukte: Steinkohlenextrakt (Vaka)
Destillat aus Bau 24 (vom 18.6.38)

Zusammensetzung des Destillates: 18,6 % Kresol
33,3 % Naphtalin
48,1 % Tetralin

Es wurden 30 Teile Extrakt in 70 Teilen Destillat gelöst. Dieses Gemisch wurde destilliert:

Versuch a) bis zu einem Rückstand von 50 Extrakt : 50 Lösungsm.
" b) " " " " " 64 " : 36 "

Versuch " a "

Es wurden 57 % des Lösungsmittels destilliert.

Zusammensetzung des Destillates (durch Analyse) :

22,0 % Kresol
25,3 % Naphtalin
52,7 % Tetralin

Zusammensetzung des im Rückstand verbleibenden
Lösungsmittel (errechnet):

14,2 % Kresol
43,8 % Naphtalin
42,0 % Tetralin

Demnach verblieben im Rückstand: 56,5 % des gesamten Naphtalins,
destilliert wurden 43,5 %.

Stockpunkt des Rückstandes a) 60° C
Viskosität " " a) 120° C = 15,6° E

Versuch " b ".

Es wurden 75 % des Lösungsmittels destilliert.

Zusammensetzung des Destillates (durch Analyse):

20,8 % Kresol

27,7 % Naphtalin

51,5 % Tetralin

Zusammensetzung des im Rückstand verbleibenden

Lösungsmittel (errechnet):

12,0 % Kresol

50,3 % Naphtalin

37,7 % Tetralin

Demnach verblieben im Rückstand: 35,9 % des gesamten Naphtalins,
destilliert wurden: 64,1 %.

Stockpunkt des Rückstandes b) = 100° C

Viskosität " " b) bei 140° = 62,4° E

D' dr.: H. Dr. Winkler
H. Dr. Thomas
H. Dr. Mischenborn
H. Dr. Döring.

Bottrop-Bey, den 22. Juni 1938.

Trennung eines Teiles des Lösungsmittels
von einem Extrakt-Lösungsmittelgemisch
durch Destillation mit Hempelkolonne.

Es soll hierbei festgestellt werden, in welcher Konzentration das Naphtalin im Rückstand verbleibt.

Ausgangsprodukte: Steinkohlensextrakt (Vaka)
 Destillat aus Bau 24 (vom 18.6.38)

Zusammensetzung des Destillates: 18,6 % Kresol
 33,3 % Naphtalin
 48,1 % Tetralin

Es wurden 50 Teile Extrakt in 70 Teilen Destillat gelöst. Dieses Gemisch wurde destilliert:

Versuch a) bis zu einem Rückstand von 50 Extrakt : 50 Lösungsm.
 b) " " " " " " 64 " : 36 "

Versuch "c"

Es wurden 57 % des Lösungsmittels destilliert.

Zusammensetzung des Destillates (durch Analyse) :

22,0 % Kresol
 25,3 % Naphtalin
 52,7 % Tetralin

Zusammensetzung des im Rückstand verbleibenden
Lösungsmittels (errechnet):

14,2 % Kresol
 43,8 % Naphtalin
 42,0 % Tetralin

Demnach verblieben im Rückstand: 56,5 % des gesamten Naphtalins,
 destilliert wurden 43,5 %.

Stockpunkt des Rückstandes a) 60° C
 Viskosität " " a) (120° C) = 15,6° B

Versuch " b ".

Es wurden 75 % des Lösungsmittels destilliert.

Zusammensetzung des Destillates (durch Analyse):

20,8 % Kresol

27,7 % Naphtalin

51,5 % Tetralin

Zusammensetzung des im Rückstand verbleibenden
Lösungsmittel (errechnet):

12,0 % Kresol

50,3 % Naphtalin

37,7 % Tetralin

Demnach verblieben im Rückstand: 35,9 % des gesamten Naphtalins
destilliert wurden: 64,1 %.

Stockpunkt des Rückstandes b) = 100° C

Viskosität " " b) bei 140° = 62,4° E

Dr.: H. Dr. Winkler
H. Dr. Thomas
H. Dr. Müschenborn
H. Dr. Böring.

Bottrop-Boy, den 22. Juni 1933.

Trennung eines Teiles des Lösungsmittels
von einem Extrakt-Lösungsmittelgemisch
durch Destillation mit Kesselskolonne.

Es soll hierbei festgestellt werden, in welcher Kon-
 zentration das Naphtalin im Rückstand verbleibt.

Ausgangsprodukte: Steinkohlenextrakt (Vaka)
 Destillat aus Bau 24 (vom 18.6.33)

Zusammensetzung des Destillates: 18,6 % Kresol
 33,5 % Naphtalin
 48,1 % Tetralin

Es wurden 50 Teile Extrakt in 70 Teilen Destillat gelöst. Dieses Ge-
 misch wurde destilliert:

Versuch a) bis zu einem Rückstand von 50 Extrakt + 50 Lösungsm.
 b) " " " " " 64 " : 36 "

Versuch "a"

Es wurden 57 Teile des Lösungsmittels destilliert.

Zusammensetzung des Destillates (durch Analyse):

22,0 % Kresol
 25,3 % Naphtalin
 52,7 % Tetralin

Zusammensetzung des in Rückstand verbleibenden
Lösungsmittels (errechnet):

14,2 % Kresol
 43,8 % Naphtalin
 42,0 % Tetralin

Demnach verblieben im Rückstand: 56,5 % des gesamten Naphtalins,
 destilliert wurden 43,5 %.

Stockpunkt des Rückstandes a) 69° C
 Viskosität " " a) (120° C) = 15,6° E

Versuch " b ".

Es wurden 75 % des Lösungsmittels destilliert.

Zusammensetzung des Destillates (durch Analyse):

20,8 % Kresol

27,7 % Naphtalin

51,5 % Tetralin

Zusammensetzung des im Rückstand verbleibenden
Lösungsmittel (errechnet):

12,0 % Kresol

50,3 % Naphtalin

37,7 % Tetralin

Demnach verblieben im Rückstand: 35,9 % des gesamten Naphtalins
destilliert wurden: 64,1 %.

Stockpunkt des Rückstandes b) = 100° B

Viskosität " " b) bei 140° = 62,4° B

Dir.: H. Dr. Winkler
H. Dr. Thomas
H. Dr. Müschenborn
H. Dr. Düring.

Bag Target
2733 - O/4.11

Betr.: Aufschlüsse mit Weihen-Destillat der ersten
Fahrperiode.

Mit dem Weihen-Destillat der ersten Fahrperiode wurden Aufschlüsse unter verschiedensten Bedingungen gemacht und es wurde dabei festgestellt, daß 380° und 2 Stunden Fahrzeit am günstigsten war. Bei kürzeren Fahrzeiten und entsprechend höheren Temperaturen ließen sich merkwürdigerweise nicht ganz so gute Aufschlüsse erreichen wie wir das sonst mit Tetralin-Kresol konnten. Man hat ganz den Eindruck, als wenn die Entstehung der Kohleöle die Versuchsbedingungen stark einengt, während sonst bei Verwendung von Tetralin-Kresol mehr Spiel für Temperatur und Zeit bleibt.[†] In der nachfolgenden Tabelle sind die Aufschlüsse übersichtlich zusammengestellt.

Bemerkungen von Herrn Dr. Broche:

gez.: Dr. Miller.

- + 1) bei 380° gelingt ein Aufschluss über 80 % mit einem Tetralin-Kresol nicht.
- 2) Die möglicherweise entstehenden höher-siedenden Kohleöle werden künftig durch sorgfältige Destillation ferngehalten.

3.6. gez. Broche

§ Dr. Wi., Dr. Schmi., Dr. Tho.

Herrn Dr. Thomas

mit der Bitte um
gefl. Kenntnisnahme
Stellungnahme
Erledigung

Rückgabe
Verbleib.

E., d.



Aufschlüsse mit Weiden-Destillat unter versch. Versuchs-
bedingungen.

No.	Aufschluß- bedingung.	Filterier- barkeit	Asche- gehalt	Aufschluß- grad	Bemerkungen
Ia	2 Std. - 360°	660 Sek.	15,87 %	65,26 %	
Ib	2 " - 370°	162 "	25,67 %	81,06 %	
Ic	2 " - 380°	33,6 "	26,68 %	82,03 %	
Id	2 " - 390°	120 "	12,36 %	53,56 %	
Ie	2 " - 400°	39 "	11,00 %	47,00 %	stark verkocht
If	2 " - 410°	60 "	11,33 %	48,74 %	fast ganz verkocht
IIa	1 1/2 " - 360°	nicht filterierbar	nicht filterierbar		
IIb	1 1/2 " - 370°	nicht filterierbar	nicht filterierbar		
IIc	1 1/2 " - 380°	60 Sek.	18,68 %	73,18 %	
IId	1 1/2 " - 390°	75 "	20,86 %	75,18 %	
IIe	1 1/2 " - 400°	45 "	13,94 %	59,57 %	stark verkocht
IIIf	1 1/2 " - 410°	44 "	10,53 %	44,34 %	stark verkocht
IIIa	1 " - 360°	nicht filterierbar	nicht filterierbar		
IIIb	1 " - 370°	nicht filterierbar	nicht filterierbar		
IIIc	1 " - 380°	73 Sek.	23,02 %	78,11 %	
IIId	1 " - 390°	60 "	20,09 %	73,97 %	
IIIe	1 " - 400°	48,2 "	19,64 %	73,23 %	ganz wenig verkocht
IIIIf	1 " - 410°	34 "	11,65 %	50,33 %	stark verkocht
IVa	1/2 " - 360°	nicht filterierbar	nicht filterierbar		
IVb	1/2 " - 370°	nicht filterierbar	nicht filterierbar		
IVc	1/2 " - 380°	nicht filterierbar	nicht filterierbar		
IVd	1/2 " - 390°	nicht filterierbar	nicht filterierbar		
IVe	1/2 " - 400°	90 Sek.	23,23 %	78,39 %	
IVf	1/2 " - 410°	110 Sek.	19,34 %	72,71 %	

Bag Target
2733 - O/4 Aktennotiz

Betr.: Hydrierung des Extraktions-Naphthalins.

Bei der gestrigen Besprechung in Welheim (Dr. Broche, Dr. Winkler, Dr. Schmitz, Dr. Thomas) wurde die Tetralin-Frage für die Extraktion mit folgendem Ergebnis eingehend erörtert:

1) Es steht fest, dass das durch Dehydrierung bei der Extraktion aus Tetralin entstandene Naphthalin, im folgenden kurz Schleudernaphthalin genannt, durch eine einfache Umdestillation in hydrierfähiges Naphthalin umgewandelt werden kann. Das Schleudernaphthalin, welches im ursprünglichen Zustand nicht oder nur mit einmaligem Kontaktaufwand hydrierfähig ist, kann nach Umdestillation bei 7- bis 8-maliger Kontaktverwendung ohne weiteres zu Tetralin hydriert werden. Es ist mithin zwar nicht genauso rein wie mit Natrium gereinigtes Warmpressgut (10- bis 12-malige Kontaktverwendung), aber praktisch so rein, wie das früher auf der Vaka gewonnene Schleudernaphthalin.

Die Vergiftung des Schleudernaphthalins beruht nicht auf Verunreinigungen durch Schwefel, denn der Schwefelgehalt dieses Schleudernaphthalins liegt in der 3. Dezimale; ausserdem wäre dieses Naphthalin dann nicht durch einfaches Umdestillieren wieder hydrierfähig zu machen. Die schlechte Hydrierbarkeit ist offenbar durch Anwesenheit höher siedender Öle (verölter Kontakt) bedingt. Es muss mithin möglich sein, durch eine von Anfang an richtig geleitete Abdestillation der naphthalinhaltigen Lösungsmittel aus dem Reinfiltrat in Bau 14 und 15 sofort ein normal hydrierfähiges Schleudernaphthalin zu bekommen. Demnach ist für das Schleudernaphthalin weder eine Reinigung durch Kaltpressen, noch eine Reinigung durch Natrium-Destillation, noch eine Reinigung durch Ausspülen mit Verdrängungsmitteln erforderlich, sofern für eine sorgfältige Destillation gesorgt ist.

Es bestand demzufolge Übereinstimmung, dass beim Abtreiben des naphthalinhaltigen Lösungsmittels im Bau 14 aus dem mit dem Anmischöl versetzten Reinfiltrat derart vorgegangen werden muss, dass das abgetriebene Lösungsmittel bestimmt frei von höher-siedenden Ölen ist, und man dafür lieber ein Verbleiben gewisser Naphthalinmengen im Extrakt in Kauf nimmt. Dieses Naphthalin wird in der Hydrierkammer 17 entweder in Benzin (Dekalin) oder in Tetralin verwandelt. Da es sich als zwecklos und sogar als unerwünscht erwiesen hat, das Rohbenzin im Bau 20 zu hoch abzuschneiden, wird dort eine Schwerbenzin-Fraktion, siedend etwa von 200 - ~~230~~²²⁰°, anfallen, in welcher das Tetralin enthalten ist und deren Zugabe zum Lösungsmittel vorgesehen wird.

2) Im Hydratlabor werden unverzüglich Extraktionsversuche durchgeführt, um das beim Neuanfahren der Extraktion in Welheim zur Verfügung stehende Extraktionsmittel auf die optimalen Extraktionstemperaturen zu prüfen.

Ausserdem wird geprüft, welche Anteile tetralinhaltiges Schwerbenzin dem Extraktionsmittel ohne irgendwelche Nachteile zugegeben werden können. (Man wird hier wohl mit dem Zusatz ziemlich hoch gehen können, da frühere Versuche ja die Eignung dieser Fraktion selbst als Extraktionsmittel erwiesen haben.)

3) Bei Bestätigung der Eignung der tetralinhaltigen Schwerbenzin-Fraktion kann der Anfall derselben durch Zugabe von Warmpressgut in die Einspritzung verstärkt werden. Hierbei ist letztes Endes das Ziel zu erreichen, das gesamte Warmpressgut, welches als Ersatz für die Tetralinverluste in den Prozess neu eingeführt werden muss, statt es mit Natrium zu reinigen, durch die Sumpfkammer - möglichst als zusätzlichen Durchsatz - mit hindurch zugeben. Man könnte sich vorstellen, unter diesen Umständen die Natriumdestillation für Warmpressgut überhaupt zu ersparen, das ganze Warmpressgut durch die Sumpfkammer zu geben und die Schwerbenzin-Fraktion in den Extraktionsmittel-Kreislauf einzufügen. Nimmt man beispielsweise an, dass 5 - 10 % Naphthalin, auf Extrakt bezogen, durch Warmpressgut ersetzt werden müssten, indem ein Teil des Naphthalins in der ~~Sumpfkammer~~ Sumpfkammer zu Benzin (Dekalin)

usw. abgebaut wird, so müssten bei einer täglichen Erzeugung von 100 t Extrakt je Tag 5 - 10 % Warmpressgut der Sumpfkammer zugeführt werden. Nach wie vor behält selbstverständlich die Hydrierung der weit grösseren Menge des Schleudernaphthalins (bei 100 t täglich ca. 40 t Schleudernaphthalin täglich) durch die Niederdruckhydrierung im Bau 22 ihre volle Bedeutung. (Entlastung der Sumpfkammer usw.)

Es werden unverzüglich in der Kammer 17 grössere Mengen Warmpressgut (ca. 6 t täglich) mit durchgesetzt und der Tetralin-anfall in der Schwerbenzin-Fraktion beobachtet.

M. Müller

Ø: Dr. Wi.,
Dr. Fre.,
Dr. Schmi.,
Dr. Tho.,
Dr. Mü.

Er. Bro./D.

Essen, den 28. Mai 1938.

Bag Target
2733 - 0/4.1 Aktennotiz:

Betr.: Anthracenöl der Teerfabrik M.St.1/2 für Welheim.

Auf Grund der gestrigen Besprechung Welheim (Dr. Broche, Dr. Winkler, Dr. Frese, Dr. Schmitz, Dr. Thomas) ist bezüglich der Qualität des von der Teerfabrik M.St.1/2 nach Welheim laufend zu liefernden Anthracenöls folgendes festgestellt worden:

Die frühere Forderung, dass das Anthracenöl keine unterhalb 300° siedenden Anteile enthalten darf und demzufolge bei 300° scharf abgeschnitten sein muss, ist durch die inzwischen eingetretene Entwicklung überholt und kommt in Fortfall. Das Anthracenöl soll vielmehr auch künftig die heutige Qualität weiter behalten, darf also mit anderen Worten Anteile, welche unterhalb 300° siedenden, besitzen.

Dieses Anthracenöl wird direkt der Hydrierkammer zugeführt, so dass die leichtsiedenden Anteile nicht stören. Zur Anmischung des Extraktes wird scharf bei ca. 300° abgeschnittenes Heizöl verwendet, welches dem Reinfiltrat beigegeben wird, so dass die erforderliche Siedelücke zur Reinhaltung der abzutreibenden Extraktionsmittel sichergestellt ist.

Für die Teerfabrik M.St.1/2 ergibt sich demnach, dass die zunächst vorgesehene Anordnung von Kolonnenaufsätzen auf die Teerblasen in Fortfall kommt.

Ø: Dr. Wi.,
Dr. Enzen.,
Rumm.,
Dr. Fres.,
Fr. Schmi.,
Dr. Tho.,
III.

A k t e n n o t i s

Bag Target
 Betr. 2733 ^{U/4.11} Zusammensetzung des Abstreifers und seiner Destillationsprodukte während
 der günstigen Fahrperiode vom 15. und 16. IV. 1938.

Der Abstreifer wurde mit der 30 cm Kesselkolonne im Laboratorium
 destilliert. Die analytischen Werte der Produkte sind also mit denen im Betrieb
 destillierten nur teilweise vergleichbar.

	Abstreifer vom 15. 4.	Abstreifer vom 16. 4.
Englerdestillation :		
Siedebeginn	79° C	86° C
100°	0,7 Vol.-%	1,0 Vol.-%
200°	6,0 "	7,0 "
210°	7,5 "	8,0 "
220°	9,0 "	8,8 "
300°	28,0 "	27,5 "
360°	65,0 "	63,0 "
Dichte bei 15° C	1,067	1,061
Viskosität bei 20° C	5,6° E	4,7° E
Phenol	3 %	3 %

Roh-Benzin		Dieselöl		Heizöl	
15. 4.	16. 4.	15. 4.	16. 4.	15. 4.	16. 4.

<u>Englerdest.</u>					
S. B.	15. 4.	16. 4.	15. 4.	16. 4.	15. 4.
5 Vol.-%	218° C	216° C	323° C	319° C	
15 "	237° "	225° "	326° "	329° "	
25 "	244° "	235° "	331° "	338° "	
35 "	250° "	244° "	338° "	344° "	
45 "	256° "	250° "	347° "	352° "	
55 "	263° "	257° "	360° "	360° "	
65 "	270° "	265° "			
75 "	278° "	273° "			
85 "	287° "	281° "			
95 "	300° "	291° "			
	337° "	310° "			

	Roh-Benzin		Dieselöl		Heizöl	
	15. 4.	16. 4.	15. 4.	16. 4.	15. 4.	16. 4.
Dichte bei 15°	0,906	0,891	1,004	0,998	1,119	1,108
Anilinpunkt	<- 50°	<- 50°	--	--	--	--
Viskosität bei 20°	--	--	--	--	86° E	84° E
Conradson - Test	--	--	--	--	2,5 %	--
Asphalt	--	--	--	--	1,55 %	--
Wasserstoff	9,3 %	10,4 %	8,4 %	8,6 %	6,7 %	6,8 %
Heizwert unterer (kcal/kg)	9450	9480	9400	9420	9130	9200

Welheim, den 26. 4. 38

Boing

D.f.H. Dr. Broche, Dr. Winkler, Dr. Fress, Dr. Thomas, Reg.

Bag Target Aktennotiz.

2733. - O/4. 11

Betrifft : Verteilung des Chlors im Abstreifer auf die einzelnen
Destillationsprodukte (Proben vom 14. 3. 38)

Abstreifer	0,023 % Cl
Rohbenzin	0,0036 % Cl
Schwerbenzin	0,0054 % Cl
Dieselöl	0,0830 % Cl
Heizöl	0,0060 % Cl

Welheim, den 13. 4. 38

Winkler

D.f.H. Dr. Winkler, Dr. Frese, Dr. Thomas, 2 x Reg.

Bag Target
2733 - 0/4 A b s c h r i f t .

Hydratlabor

Dr. M./W.

E.-Karnap, den 13. 4. 38.

Betr.: Ausfällung von Extrakt aus Reinfiltrat durch Normalbenzin.

Nach früheren Beobachtungen konnte aus Reinfiltrat mit Normalbenzin ein unschmelzbarer und unlöslicher Extrakt ausgefällt werden. Ich habe diese Ergebnisse zu reproduzieren versucht, konnte sie aber nicht bestätigen.

Wir haben erst einmal 100 g Welheim-Reinfiltrat mit 4 l Normalbenzin gefällt und fanden 33,0 g ausgefällten Extrakt. Der Extrakt hatte den Schmelzpunkt 183 - 185°.

Löslichkeit des Extraktes in Tetralin-Kresol:

bei 50°	57,56 %
" 100°	58,07 %
" 150°	59,11 %
" 200°	63,20 %

100 g Welheim-Reinfiltrat mit der 4fachen (400 ccm) Menge Normalbenzin gefällt ergab 33,0 g Extrakt von

Schmelzpunkt 178 - 180°

Zündpunkt 508°

100 g Normalaufschlussreinfiltrat + 400 ccm Normalbenzin ergaben 32,6 g Extrakt vom Schmelzpunkt 172 - 175°.

Löslichkeit des Extraktes in Tetralin-Kresol:

bei 50°	61,19 %
" 100°	61,52 %
" 150°	61,61 %
" 200°	61,63 %

Der Versuch wurde nochmals wiederholt und wir bekamen wiederum 33,0g Extrakt, Schmelzpunkt 162 - 165°

Zündpunkt 509°

Der Extrakt sieht bräunlich aus.

Es kann nun der frühere Befund nur so erklärt werden, dass eine geringere Benzinkonzentration zum Ausfällen des Extraktes gewählt wurde, bei der das im Reinfiltrat vorhandene Tetralin-Kresol die leichter löslichen Anteile des Extraktes noch in Lösung hielt und nur die schwerlöslichen und unschmelzbaren Extraktanteile gefällt wurden. Es kann aber auch sein, dass bei den früheren Versuchen ein unter anderen Bedingungen hergestellter Extrakt benutzt wurde, der sauerstoffreicher war und infolgedessen wohl viel mehr zum Unschmelzbarwerden neigen wird.

gez.: Dr. Müller.

Herrn Fr. Thomas

Bag Target

2733 - U/4.1 Bottrop-Boy, den 11. März 1938.

Rohaufschluss Kammer 12 vom 9.3.38.

Zeit	% Restkohle	% Extrakt	sec. Filtrierbarkeit	Bemerkungen
10 ¹⁵	12,8		10	
10 ³⁰	9,9		15	
11 ⁰⁰	9,0		15	
11 ³⁰	11,0	27,9	15	
12 ⁰⁰	8,4		15	
12 ³⁰	8,6		15	
13 ⁰⁰	10,0		15	
13 ³⁰	11,1		15	
14 ⁰⁰	-		-	
14 ³⁰	11,2		20	
15 ⁰⁰	12,4		30	
15 ³⁰	11,9	27,6	20	
16 ⁰⁰	10,5		15	
16 ³⁰	11,0		15	
17 ⁰⁰	10,6		15	
17 ³⁰	11,4		15	
18 ⁰⁰	11,4		15	
18 ³⁰	11,5		15	
19 ⁰⁰	11,2		15	
19 ³⁰	11,1		15	
20 ⁰⁰	10,5		15	
20 ³⁰	9,4		15	
21 ⁰⁰	8,4		15	auf L.M.umgestellt
21 ³⁰	6,9		10	
22 ⁰⁰	7,2		10	
22 ³⁰	-		-	

Rohaufschlussdurchschnitt vom 9.3.38 :
10⁰⁰ - 21³⁰ (1/2 stündlich)

15 " Filtrierbarkeit
10,8 % Restkohle
22,6 % Asche i.d. Restkohle
28,0 % Extrakt im Rohaufschluss
73,8 % Aufschlussgrad bez. auf Ausgangskohle
78,4 % " " " Reinkohle

Destillat :

17,0 % Kresol
45,0 % Tetralin
38,0 % Naphthalin

Ausgangslösungsmittel :

21,0 % Naphthalin.

Ausgangskohle = 5,9 % Asche. Aufschlussgrad errechnet aus Asche
"Ausgangskohle" und Asche "Restkohle".

gez. Arendt.

11/3. Schmidt

Herrn Dr. Thomas

Bag Target Bottrop-Boy, den 3. März 1938.

2733 - O/4.11

Roheaufschluss Kammer 12 vom 1.3.38.

Zeit	% Restkohle	% Extrakt	sec. Filtrierbarkeit	Bemerkungen
15 ⁰⁰	5,1		15	
15 ³⁰	7,2		15	
16 ⁰⁰	9,4	32,0	60	
16 ³⁰	9,8		50	
17 ⁰⁰	8,7		40	
17 ³⁰	8,1		30	
18 ⁰⁰	9,6		60	
18 ³⁰	8,9	32,5	35	
19 ⁰⁰	8,5		40	
19 ³⁰	-		-	
20 ⁰⁰	8,6		40	
20 ³⁰	8,3		40	20 ¹⁰ auf L.N. umgestellt
21 ⁰⁰	7,7		20	
21 ³⁰	8,0		20	

B.A.
Behälter

4	7,7	31,0	25
5	7,1	26,5	25

Destillat v. Reinfiltrat

16 % Kresol, 31,9 % Naphthalin

Rohaufschlussdurchschnitt vom 1.3.38.
15³⁰ - 20³⁰ (1/2 stündlich)

40" Filtrierbarkeit
8,9 % Restkohle
29,8 % Asche i. d. Restkohle
32,7 % Extrakt im Rohaufschluss
79.6 ~~76.1~~ % Aufschlussgrad bez. auf Ausgangskohle
84.5 ~~81.0~~ % " " " Reinkohle

Destillat :

16,0 % Kresol
47,1 % Tetralin
36,9 % Naphthalin

Ausgangslösungsmittel :

15,0 % Naphthalin

Ausgangskohle = 6,1 % Asche. Aufschlussgrad errechnet aus Asche
"Ausgangskohle" und Asche "Restkohle".

gez. Arendt.

3/3. *P. Arendt*

Bag Target

Herrn Dr. Thomas
Bottrop-Boy, den 1. März 1938.

2733, O/4.11
Rohaufschluss Kammer 12
vom 26.2.1938.

Beobachtung
Hofke
ausgegeben

Zeit	% Restkohle	% Extrakt	Filtrierbarkeit	Bemerkungen
14 ⁰⁰	9,2		100"	
14 ¹⁵	8,0		70"	
14 ³⁰	5,3	29,0	40"	
15 ⁰⁰	6,8		15"	
15 ³⁰	9,0		> 300"	
16 ⁰⁰	9,5		300"	
16 ³⁰	9,1		300"	
17 ⁰⁰	-		> 300"	Produkt nochmal durch die Kammer geschickt
17 ³⁰	-		> 300"	
18 ⁰⁰	-		unfiltrierbar	
18 ³⁰	-		"	
19 ⁰⁰	3,0		30"	
19 ³⁰	5,3		15"	
20 ⁰⁰	6,6		15"	
20 ³⁰	6,3		15"	
21 ⁰⁰	9,0		75"	dto.
21 ³⁰	9,0		280"	
22 ⁰⁰	-		20"	
22 ³⁰	8,4		15"	
23 ⁰⁰	7,4		20"	
23 ³⁰	7,9		25"	
24 ⁰⁰	8,3		30"	
0 ³⁰	7,5		30"	
1 ⁰⁰	7,8		25"	
1 ³⁰	6,7		20"	
2 ⁰⁰	6,3		20"	
2 ³⁰	5,8		20"	

Rohaufschlussdurchschnitt vom 26.2.38 :

15⁰⁰ - 2⁰⁰ (1/2 stündlich)

60" Filtrierbarkeit

6,9 % Restkohle
26,5 % Asche i. d. Restkohle
28,2 % Extrakt im Rohaufschluss
78,5 % Aufschlussgrad bez. auf Ausgangskohle
83,3 % " " " Reinkohle

Destillat :

15,5 % Kresol
54,0 % Tetralin
30,5 % Naphthalin

Ausgangslösungsmittel :

13 % Naphthalin.

Ausgangskohle = 5,7 % Asche. Aufschlussgrad errechnet aus Asche
"Ausgangskohle" und Asche "Restkohle".

gez. Arendt.

2/3 

Herrn Dr. Thomas

Bottrop-Boy, den 18. Februar 1938.

Rohaufschluss Extraktionskammer 12 vom 17.2.38.

Zeit	Restkohle %	Extrakt %	Filtrierbarkeit	Bemerkungen
10 ⁰⁰	0,4		10"	
10 ³⁰	4,1		10"	
11 ⁰⁰	3,8		10"	
11 ³⁰	8,5	26,7	35"	
12 ⁰⁰	6,1		25"	
12 ³⁰	5,8		25"	
13 ⁰⁰	8,0		25"	
13 ³⁰	6,6		20"	
14 ⁰⁰	7,5		25"	
14 ³⁰	6,8		30"	
15 ⁰⁰	7,8		30"	
15 ³⁰	8,8	27,2	30"	
16 ⁰⁰	10,0		30"	
16 ³⁰	6,1		25"	Um 16 ³⁰ auf Lösungsmittel umgestellt.

Rohaufschlussdurchschnitt vom 17.2.38 :

11⁰⁰ - 16³⁰ (1/2 stündlich)

30" Filtrierbarkeit

7,4 % Restkohle

29,45 % Asche i. d. Restkohle

25,0 % Extrakt im Rohaufschluss

80,6 % Aufschlussgrad bez. auf Ausgangskohle

85,7 % " " " Reinkohle.

Destillat :

15,3 % Kresol
54,7 % Tetralin
30,0 % Naphthalin.

Ausgangskohle = 5,7 % Asche. Aufschlussgrad errechnet aus
Asche „Ausgangskohle“ und Asche „Restkohle“.

gez. Arendt.

19/2. *Pdu*

Herrn Dr. Thomsen.
Alten

Bag Target Bottrop-Boy, den 15. Februar 1938.
273.3 - 0/4.11

Rohaufschluss Extraktionskammer 12 vom 13.2.38.

Zeit	Restkohle %	Extrakt %	Filtrierbarkeit	Bemerkungen
1635	-		30"	
1650	4,6		30"	
1730	5,0	24,0	40"	
1800	3,6		25"	
1830	4,0		100"	
1900	4,5		>300"	
1930	0,9		40"	
2000	5,0		40"	Um 20 ¹⁵ auf Lösungsmittel umgestellt.

Rohaufschlussdurchschnittsprobe von 17 - 20 Uhr (stündlich)

40" Filtrierbarkeit

- 4,3 % Restkohle
- 31,35 % Asche i.d. Restkohle
- 27,4 % Extrakt im Rohaufschluss
- 81,5 % Aufschlussgrad bez. auf Ausgangskohle
- 86,5 % " " " Reinkohle

Destillat:

- 15,3 % Kresol
- 18,5 % Naphthalin

Rohaufschlussdurchschnittsprobe von 2 - 5³⁰ (etündlich) :

(Rohaufschluss zum 2. Male durch die Extraktionskammer;
Kammertemperatur aber 10° niedriger !)

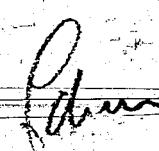
10° Filtrierbarkeit

3,5 % Restkohle
31,35 % Asche i. d. Restkohle
20,4 % Extrakt im Rohaufschluss
81,5 % Aufschlussgrad bez. auf Ausgangskohle
86,5 % " " " Reinkohle

Der niedrige Restkohle- und Extraktgehalt ist durch Verdünnen
des Rohaufschlusses mit Lösungsmittel zu erklären.

Der Aufschlussgrad ist aus der Asche „Ausgangskohle“ und Asche
„Restkohle“ errechnet worden.

gez. Arendt.



Dr. Tho/Br.

Bag Target

Bottrop-Boy, den 3. Januar 1938.

2733 - O/4.11

Aktennotiz.

Betrifft: Stellungnahme zu den Berichten von Herrn Dr. Müller vom 29.11. und 5.12.38.

In Kleinversuchen und in der Vaka wurde übereinstimmend festgestellt, daß mit steigender Temperatur die Verweilzeit beim Aufschließen der Kohle nicht nur verkürzt werden kann, sondern auf jeden Fall verkürzt werden muß, da sonst Verkrustungen und schlechtere Aufschlußgrade eintreten (vergl. hierzu meinen Bericht vom 18.3.36). Nach den Laborversuchen ist es uns damals allerdings nicht gelungen, bei 450° krustenfreie Aufschlüsse zu erlangen. Im Betrieb der Vaka waren bei 450° und einer Verweilzeit von ca. 0,5 Std. die Autoklaven nach ca. 24 Std. vollständig verkocht. Nach unseren Erfahrungen in Kleinversuchen und in der Vaka liegt die obere Temperaturgrenze bei ca. 435°.

Die Gas- und Teerbildung bei allen thermischen Behandlungen der Kohle ist nicht nur von der Temperatur, sondern vor allem auch von der Verweilzeit bei der betreffenden Temperatur abhängig. Auf die gefundene Gasmenge kann m. E. nicht allzugroßer Wert gelegt werden. Es ist bekannt, daß im Rohaufschluß erhebliche Gasmengen gelöst bleiben. Auffallend ist der verhältnismäßig hohe H₂-Gehalt im Gas. Es ist durchaus möglich, daß leichte Öle, die bei Aufschlüssen mit hoher Temperatur entstehen, bei diesen Versuchen gar nicht erfaßt werden können. Dr. Müller hat 29,3 g Verluste bei Filtration und Destillation (Benzin ?), d. s. 0,4 % bezogen auf Lösungsmittel oder auf Kohle bis zu 0,8 %.

Aus dem Bericht geht die Kohlekonzentration beim Aufschluß nicht hervor. Unter der Annahme der gleichen Mischung wie in Welheim, nämlich ca. 33 % Kohle und 67 % Lösungsmittel, findet Dr. Müller ca. 0,5 % ungesättigte Kohleöle im Destillat, d. i. bezogen auf Kohle 1 %. Da aber mit Sicherheit gerechnet werden kann, daß zumindest die Hälfte der Kohleöle aus gesättigten Kohlenwasserstoffen bestehen, so ergeben sich auf Kohle berechnet mindestens 2 % Kohleöle bzw. unter Berücksichtigung der Filtrations- und Destillationsverluste bis zu 2,8 %. Wenn es also gelingen würde, die Lösungsmittelverluste zu beseitigen, so dürfte im Gegensatz zu Dr. Müller doch eine nicht unerhebliche Anreicherung der Kohleöle im

Lösungsmittel eintreten.

In Übereinstimmung mit Dr. Müller haben wir in Klein- und Bilanzversuchen größere Lösungsmittelverluste, wie sie in der Betriebsperiode im November 1938 auftraten, nicht feststellen können. Interessant ist jedoch, daß nach den Analysen und Berechnungen der Betriebskontrolle sich diese Verluste über alle Bauten etwa gleichmäßig verteilen:

ca. $\frac{1}{3}$ hinter der Kammer 12

" $\frac{1}{3}$ in Bau 13 und Tanklager 23

" $\frac{1}{3}$ in Bau 14.

Gerade dieser Punkt - Verbleib des Lösungsmittels - konnte noch nicht geklärt werden.

Auffallend ist in dem Bericht von Dr. Müller der niedrige Schmelzpunkt des Extraktes von nur 189° . Es ist anzunehmen, daß der Extrakt noch Lösungsmittel enthält.

D'dr.: H. Dir. Dr. Win.

Aktennotiz.

Betrifft: Stellungnahme zu den Berichten von Herrn Dr. Müller vom 29.11. und 5.12.38.

In Kleinversuchen und in der Vaka wurde übereinstimmend festgestellt, daß mit steigender Temperatur die Verweilzeit beim Aufschließen der Kohle nicht nur verkürzt werden kann, sondern auf jeden Fall verkürzt werden muß, da sonst Verkrustungen und schlechtere Aufschlußgrade eintreten (vergl. hierzu meinen Bericht vom 18.3.36). Nach den Laborversuchen ist es uns damals allerdings nicht gelungen, bei 450° krustenfreie Aufschlüsse zu erlangen. Im Betrieb der Vaka waren bei 450° und einer Verweilzeit von ca. 0,5 Std. die Autoklaven nach ca. 24 Std. vollständig verkocht. Nach unseren Erfahrungen in Kleinversuchen und in der Vaka liegt die obere Temperaturgrenze bei ca. 435°.

Die Gas- und Teerbildung bei allen thermischen Behandlungen der Kohle ist nicht nur von der Temperatur, sondern vor allem auch von der Verweilzeit bei der betreffenden Temperatur abhängig. Auf die gefundene Gasmenge kann m. E. nicht allzugroßer Wert gelegt werden. Es ist bekannt, daß im Rohaufschluß erhebliche Gasmengen gelöst bleiben. Auffallend ist der verhältnismäßig hohe H₂-Gehalt im Gas. Es ist durchaus möglich, daß leichte Öle, die bei Aufschlüssen mit hoher Temperatur entstehen, bei diesen Versuchen gar nicht erfaßt werden können. Dr. Müller hat 29,3 g Verluste bei Filtration und Destillation (Benzin?), d. s. 0,4 % bezogen auf Lösungsmittel oder auf Kohle bis zu 0,8 %.

Aus dem Bericht geht die Kohlekonzentration beim Aufschluß nicht hervor. Unter der Annahme der gleichen Mischung wie in Welheim, nämlich ca. 33 % Kohle und 67 % Lösungsmittel, findet Dr. Müller ca. 0,5 % ungesättigte Kohleöle im Destillat, d. i. bezogen auf Kohle 1 %. Da aber mit Sicherheit gerechnet werden kann, daß zumindest die Hälfte der Kohleöle aus gesättigten Kohlenwasserstoffen bestehen, so ergeben sich auf Kohle berechnet mindestens 2 % Kohleöle bzw. unter Berücksichtigung der Filtrations- und Destillationsverluste bis zu 2,8 %. Wenn es also gelingen würde, die Lösungsmittelverluste zu beseitigen, so dürfte im Gegensatz zu Dr. Müller doch eine nicht unerhebliche Anreicherung der Kohleöle im

Lösungsmittel eintreten.

In Übereinstimmung mit Dr. Müller haben wir in Klein- und Bilanzversuchen größere Lösungsmittelverluste, wie sie in der Betriebsperiode im November 1938 auftraten, nicht feststellen können. Interessant ist jedoch, daß nach den Analysen und Berechnungen der Betriebskontrolle sich diese Verluste über alle Bauten etwa gleichmäßig verteilen:

ca. $\frac{1}{3}$ hinter der Kammer 12

" $\frac{1}{3}$ in Bau 13 und Tanklager 23

" $\frac{1}{3}$ in Bau 14.

Gerade dieser Punkt - Verbleib des Lösungsmittels - konnte noch nicht geklärt werden.

Auffallend ist in dem Bericht von Dr. Müller der niedrige Schmelzpunkt des Extraktes von nur 189° . Es ist anzunehmen, daß der Extrakt noch Lösungsmittel enthält.

D' dr.: H. Dir. Dr. Win.

Aktennotiz.
=====

Betrifft: Stellungnahme zu den Berichten von Herrn Dr. Müller vom 29.11. und 5.12.38.

In Kleinversuchen und in der Vaka wurde übereinstimmend festgestellt, daß mit steigender Temperatur die Verweilzeit beim Aufschließen der Kohle nicht nur verkürzt werden kann, sondern auf jeden Fall verkürzt werden muß, da sonst Verkrustungen und schlechtere Aufschlußgrade eintreten (vergl. hierzu meinen Bericht vom 18.3.36). Nach den Laborversuchen ist es uns damals allerdings nicht gelungen, bei 450° krustenfreie Aufschlüsse zu erlangen. Im Betrieb der Vaka waren bei 450° und einer Verweilzeit von ca. 0,5 Std. die Autoklaven nach ca. 24 Std. vollständig verkocht. Nach unseren Erfahrungen in Kleinversuchen und in der Vaka liegt die obere Temperaturgrenze bei ca. 435°.

Die Gas- und Teerbildung bei allen thermischen Behandlungen der Kohle ist nicht nur von der Temperatur, sondern vor allem auch von der Verweilzeit bei der betreffenden Temperatur abhängig. Auf die gefundene Gasmenge kann m. E. nicht allzugroßer Wert gelegt werden. Es ist bekannt, daß im Rohaufschluß erhebliche Gasmengen gelöst bleiben. Auffallend ist der verhältnismäßig hohe H₂-Gehalt im Gas. Es ist durchaus möglich, daß leichte Öle, die bei Aufschlüssen mit hoher Temperatur entstehen, bei diesen Versuchen garnicht erfaßt werden können. Dr. Müller hat 29,3 g Verluste bei Filtration und Destillation (Benzin ?), d. s. 0,4 % bezogen auf Lösungsmittel oder auf Kohle bis zu 0,8 %.

Aus dem Bericht geht die Kohlekonzentration beim Aufschluß nicht hervor. Unter der Annahme der gleichen Mischung wie in Welheim, nämlich ca. 33 % Kohle und 67 % Lösungsmittel, findet Dr. Müller ca. 0,5 % ungesättigte Kohleöle im Destillat, d. i. bezogen auf Kohle 1 %. Da aber mit Sicherheit gerechnet werden kann, daß zumindest die Hälfte der Kohleöle aus gesättigten Kohlenwasserstoffen bestehen, so ergeben sich auf Kohle berechnet mindestens 2 % Kohleöle bzw. unter Berücksichtigung der Filtrations- und Destillationsverluste bis zu 2,8 %. Wenn es also gelingen würde, die Lösungsmittelverluste zu beseitigen, so dürfte im Gegensatz zu Dr. Müller doch eine nicht unerhebliche Anreicherung der Kohleöle im

Lösungsmittel eintreten.

In Übereinstimmung mit Dr. Müller haben wir in Klein- und Bilanzversuchen größere Lösungsmittelverluste, wie sie in der Betriebsperiode im November 1938 auftraten, nicht feststellen können. Interessant ist jedoch, daß nach den Analysen und Berechnungen der Betriebskontrolle sich diese Verluste über alle Bauten etwa gleichmäßig verteilen:

- ca. $\frac{1}{3}$ hinter der Kammer 12
- " $\frac{1}{3}$ in Bau 13 und Tanklager 23
- " $\frac{1}{3}$ in Bau 14.

Gerade dieser Punkt - Verbleib des Lösungsmittels - konnte noch nicht geklärt werden.

Auffallend ist in dem Bericht von Dr. Müller der niedrige Schmelzpunkt des Extraktes von nur 189° . Es ist anzunehmen, daß der Extrakt noch Lösungsmittel enthält.

D' dr.: H. Dir. Dr. Win.

Dr. Tho/Pr.

Bag Target

Bottrop-Boy, den 3. Januar 1938.

2733 - U/4.11

Aktennotiz.

Betrifft: Stellungnahme zu den Berichten von Herrn Dr. Müller vom 29.11. und 5.12.38.

In Kleinversuchen und in der Vaka wurde übereinstimmend festgestellt, daß mit steigender Temperatur die Verweilzeit beim Aufschließen der Kohle nicht nur verkürzt werden kann, sondern auf jeden Fall verkürzt werden muß, da sonst Verkrustungen und schlechtere Aufschlußgrade eintreten (vergl. hierzu meinen Bericht vom 18.3.36). Nach den Laborversuchen ist es uns damals allerdings nicht gelungen, bei 450° krustenfreie Aufschlüsse zu erlangen. Im Betrieb der Vaka waren bei 450° und einer Verweilzeit von ca. 0,5 Std. die Autoklaven nach ca. 24 Std. vollständig verkocht. Nach unseren Erfahrungen in Kleinversuchen und in der Vaka liegt die obere Temperaturgrenze bei ca. 435°.

Die Gas- und Teerbildung bei allen thermischen Behandlungen der Kohle ist nicht nur von der Temperatur, sondern vor allem auch von der Verweilzeit bei der betreffenden Temperatur abhängig. Auf die gefundene Gasmenge kann m. E. nicht allzugroßer Wert gelegt werden. Es ist bekannt, daß im Rohaufschluß erhebliche Gasmengen gelöst bleiben. Auffallend ist der verhältnismäßig hohe H₂-Gehalt im Gas. Es ist durchaus möglich, daß leichte Öle, die bei Aufschlüssen mit hoher Temperatur entstehen, bei diesen Versuchen gar nicht erfaßt werden können. Dr. Müller hat 29,3 g Verluste bei Filtration und Destillation (Benzin?), d. s. 0,4 % bezogen auf Lösungsmittel oder auf Kohle bis zu 0,8 %.

Aus dem Bericht geht die Kohlekonzentration beim Aufschluß nicht hervor. Unter der Annahme der gleichen Mischung wie in Welheim, nämlich ca. 33 % Kohle und 67 % Lösungsmittel, findet Dr. Müller ca. 0,5 % ungesättigte Kohleöle im Destillat, d. i. bezogen auf Kohle 1 %. Da aber mit Sicherheit gerechnet werden kann, daß zumindest die Hälfte der Kohleöle aus gesättigten Kohlenwasserstoffen bestehen, so ergeben sich auf Kohle berechnet mindestens 2 % Kohleöle bzw. unter Berücksichtigung der Filtrations- und Destillationsverluste bis zu 2,6 %. Wenn es also gelingen würde, die Lösungsmittelverluste zu beseitigen, so dürfte im Gegensatz zu Dr. Müller doch eine nicht unerhebliche Anreicherung der Kohleöle im

Lösungsmittel eintreten.

In Übereinstimmung mit Dr. Müller haben wir in Klein- und Bilanzversuchen größere Lösungsmittelverluste, wie sie in der Betriebsperiode im November 1938 auftraten, nicht feststellen können. Interessant ist jedoch, daß nach den Analysen und Berechnungen der Betriebskontrolle sich diese Verluste über alle Bauten etwa gleichmäßig verteilen:

ca. $\frac{1}{3}$ hinter der Kammer 12

" $\frac{1}{3}$ in Bau 13 und Tanklager 23

" $\frac{1}{3}$ in Bau 14.

Gerade dieser Punkt - Verbleib des Lösungsmittels - konnte noch nicht geklärt werden.

Auffallend ist in dem Bericht von Dr. Müller der niedrige Schmelzpunkt des Extraktes von nur 189° . Es ist anzunehmen, daß der Extrakt noch Lösungsmittel enthält.

D'gr.: H. Dir. Dr. Win.

Dr. Schm/Dr.

Bag Target

2733 - U/4. | Rotrop - Boy, den 20. August 1937.

-Herrn

Dr. W i n k l e r .

In der Anlage überreiche ich Ihnen einen Bericht über Extraktionsversuche mit Abstreiferölfractionen, die Herr Dobbstein in der Zeit vom 5. - 10. Aug.d.Js. wunschgemäß zur Stützung der Versuchsergebnisse der Herren Dr.Thomas und Dr.Muschenborn (s.Bericht vom 1.7.37) durchgeführt hat.

Anlage.

Handwritten signature

A k t e n n o t i z .

Betr.: Durchführung einiger Druckextraktionsversuche nach Angaben der Herren Dr. Thomas und Dr. Müschenborn.

Die optimalen Aufschlussbedingungen für die Extraktion der M. St.-Gaskohle mit Abstreiferölen aus der Extrakthydrierung wurden wie folgt angegeben:

A.)

- 1.) Anheizzeit: 45' (20°C → 430°C)
- 2.) Reaktionszeit: 30'
- 3.) Reaktionstemperatur: 430°C (413°C gemessen)

Zusammensetzung der Maische:

1250 g Einsatz { 500 g Kohle M. St.
750 g Abstreiferöl } > 275°C

Siedeanalyse des Abstreiferöles aus dem 300 Atmosphärenversuch
-275°C getoppt. (Me 845; Fass 21/22)

Beginn: 2770 c

10 %	-	286°C
20 %	-	294°C
30 %	-	300°C
40 %	-	309°C
50 %	-	316°C
60 %	-	323°C
70 %	-	335°C
80 %	-	346°C
90 %	-	365°C

B.)

- 1.) Anheizzeit: 45' (20°C → 430°C)
- 2.) Reaktionszeit: 30'
- 3.) Reaktionstemperatur: 430°C (413°C gemessen)

Zusammensetzung der Maische:

1250 g Einsatz { 500 g Kohle M. St.
750 g Abstreiferöl } > 300°C

Siedeanalyse des Öles aus dem 600 Atmosphärenversuch -300°C
getoppt. (Me 225, Fass 109/110)

Beginn: 300°C

10 % - 310° C
20 % - 317° C
30 % - 323° C
40 % - 330° C
50 % - 336° C
60 % - 346° C
70 % - 355° C
76 % - 360° C

Auswertung der Versuche A und B:

A.) 500 g Kohle → 6,3 % Asche

31,5 g Asche

→ 469 g (468,5) Reinkohle

101,0 g Restkohle

30 g Asche, 30,0 % Asche

71 g Rein-Restkohle

71 g Restkohle
(aschefrei!)

→ 398 g Reinkohle (aufgeschlossen)

84,9 % Aufschlussgrad (bez. auf Reinkohle, basierend auf
der Restkohlenmenge)

84,3 % Aufschlussgrad (ermittelt aus dem Verhältnis Asche
Ausgangskohle : Asche Restkohle)

B.) 500 g Kohle → 6,3 % Asche

31,5 g Asche

→ 469 g Reinkohle

118 g Restkohle

88 g Restkohle
(aschefrei!)

25,3 % Asche

→ 381 g Reinkohle
(aufgeschlossen!)

30 g Asche

81,2 % Aufschlussgrad (basierend auf der Restkohlenmenge, bezogen auf Reinkohle)

80,1 % Aufschlussgrad (ermittelt aus dem Verhältnis Asche Ausgangskohle : Asche Restkohle)

Aus der Auswertung der beiden Versuche geht hervor, dass man bei der Druckextraktion der M.St.-Gaskohle mit Abstreiferölfraktionen unter den optimalen Bedingungen Aufschlussgrade zwischen 80 und 85 % erzielt.

Bottrop - Boy, den 15. August 1937.

Christoph

W. W. W.

Bag Target
2733. - 0/4.11
gamma
Dr. Hama.

Antrometrie
vom Ausfrömmel (Probe aus Tagstank)

St. - Zug. 220° e

10	2	-	267° e
20	2	-	286
30	2	-	300
40	2	-	315
50	2	-	325
60	2	-	335
70	2	-	346
80	2	-	361

25°
25°

Stufen 22

30. VIII. 37.
Hama

A. Thomas.

Dr. Tho/H.

Bag Targe Welheim, den 1. Juli 1937.

2733 - O/4.11 -
Herrn

Generaldirektor Dr. P o t t

D i r e k t i o n .

In der Anlage überreiche ich Ih-nen einen
Bericht über Extraktionsversuche mit der Bitte um gefl.
Kenntnisnahme.

Thomas

D, Druck: H. Dr. Broche,
Dr. Winkler,
Dr. Scheer,
Dr. Schmitz,

H. Meißner
H. Meißner

Versuche zur Extraktion von Steinkohlen in Abwesenheit von sauren Ölen.

Die gemeinsam mit den Herren Dr. Müschenborn und Dr. Schirrmacher durchgeführten Versuche hatten folgendes Ergebnis:

- 1) Es ist möglich, Steinkohle mit Tetralin-Naphthalin-Gemische ohne Zusatz von Kresol unter bestimmten Bedingungen genau so gut zu extrahieren und zum selben Aufschlußgrad zu gelangen wie mit Tetralin-Kresol-Naphthalin-Gemischen.
- 2) Bei der Durchführung dieser Extraktionen ist darauf zu achten, daß im kresolfreien Reinfiltrat unterhalb 120 - 130° ein Teil des Extraktes ausfällt. Bei Temperaturen von 150° ist jedoch aller Extrakt gelöst.
- 3) Die Richtigkeit der Laboratoriumversuche konnte in einer längeren Versuchszeit in der Vaka bestätigt werden. Vor allem konnte auch hier nachgewiesen werden, daß weder die Filtrierbarkeit leidet, noch der Tetralinzerfall bei dieser Fahrweise vergrößert wird.
- 4) Versuche zur Extraktion von Steinkohlen mit Ölen aus der Hydrierung (sogenannte Abstreiferöle) ergaben, daß bei einer Lieferung von Abstreiferöl aus Louisa die von 275 bis 350° siedende Fraktion den besten Aufschlußgrad mit 81 % bezogen auf Reinkohle ergab.
- 5) Bei der Verwendung weniger günstiger Fraktionen (z.B. 300 - 350°) wird durch einen Zusatz von ca 20 % Tetralin ein Aufschlußgrad von über 85 % erreicht.
- 6) Ein Gemisch von etwa 80 % Abstreiferöl bestimmter Fraktion und etwa 20 % Tetralin dürfte sich im Großbetrieb als für die Extraktion besonders geeignet erweisen, da zur Auswaschung der Restkohle wahrscheinlich Tetralin verwendet werden muß, ansonsten sich eine Rückstandsaufarbeitung nicht umgehen läßt.

Die nachfolgend beschriebenen Versuche wurden in bekannter Weise in 2 Liter-Rührautoklaven durchgeführt. Zur Extraktion gelangte Mathias Stinnes Feinkohle in der Anmischung 1 : 1,5.

Die wichtigste Erkenntnis, die bei der Extraktion mit Tetralin-Naphthalin ohne Zusatz von Kresol gemacht wurde, war, daß die

depolymerisierende Wirkung des Kessels durch etwas höhere Extraktionstemperaturen ersetzt werden kann. Während bei 400° selbst bei 2 Stunden Versuchsdauer nur ein Aufschlußgrad von 57 % erreicht wird, wobei der Nachaufschluß vollkommen unfiltrierbar ist, wird durch die Erhöhung der Temperatur um 10° auf 410° ein Aufschlußgrad von 65 % erreicht. Durch weitere Temperaturerhöhung auf 420 - 430° wird zwar kein höherer Aufschlußgrad erreicht, dagegen die Filtrierbarkeit äußerst günstig beeinflusst. Bei längerer Aufschlußzeit von 2 Stunden steigt mit der Temperatur der Tetralinzerfall. Es ist jedoch möglich bei 430° die Reaktionszeit auf eine halbe Stunde abzukürzen und den Tetralinzerfall auf die normale Höhe von ca 30 % zu bringen.

Interessant waren weitere Extraktionsversuche mit geringeren Tetralinangebot. Die Versuche ergaben, daß auf 100 Teile Steinkohle 60 Teile Tetralin ansubleten sind, wenn optimale Aufschlußgrade erreicht werden sollen. Der Tetralinzerfall geht dabei auf 20 % zurück. Einzelheiten gehen aus den Tabellen hervor. Auch durch längere Extraktionszeiten konnten bessere Ergebnisse nicht erzielt werden.

Tabelle I.

Abhängigkeit von Aufschlußgrad, Filtrierbarkeit und Tetralinzerfall von der Aufschlußtemperatur.

Extraktion 2 Std. bei:	Aufschlußgrad	Filtrierbarkeit 155°, 5 stü	Tetralinzerfall	Schmelz- punkt d. Extrakte
400°	57,2 %	unfiltrierbar	-	-
410°	65,8 %	5 Minuten	34,4 %	230°
420°	65,3 %	1 Minute	52,4 %	204°
430°	63,8 %	1/2 Minute	68,9 %	190°

Tabelle II.

Abhängigkeit von Aufschlußgrad und Tetralinzerfall vom Tetralinangebot.

(Reaktionszeit 0,5 Stunden bei 430°)

Lösungsmittel: Tetralin Naphthalin Aufschlußgrad Tetralinzerfall

0 %	100 %	40 %	0 %
20 %	80 %	58,2 %	8,4 %
30 %	70 %	70,5 %	18,3 %
40 %	60 %	83,8 %	19,7 %
60 %	40 %	84,1 %	21,9 %
80 %	20 %	84,2 %	28,2 %

Für den Großbetrieb würde es eine nicht unwesentliche Vereinfachung und Verbilligung bedeuten, wenn das für die Hydrierung des Extraktes notwendige Anmischöl, das für die Extraktion erforderliche Lösungsmittel ersetzen könnte. Aus den bisherigen Versuchen geht hervor, daß ohñ weiteres, das in normalen Lösungsmittel vorhandene Kresol in Höhe von 20 % und das Naphthalin in Höhe von 25 % durch indifferenten Kohlenwasserstoffe zu ersetzen sind. Versuche, diese beiden Komponenten durch Anthracenöl (270 - 350°) zu ersetzen, ergeben, daß mit einem Lösungsmittel bestehend aus 70 % Anthracenöl und 30 % Tetralin ein Aufschlußgrad von 81,5 % zu erreichen ist.

Bei Anwendung eines solchen Lösungsmittel-Gemisches würde nur noch ein Drittel des Lösungsmittels in der Destillation abdestilliert werden müssen und zugleich eine sehr gleichmäßige Anmischung von Extrakt und Schweröl für die Hydrierung anfallen. Infolge des geringen Tetralinangebotes und Wertes hat die Tetralinfabrik viel weniger zu leisten.

Weitere Versuche wurden mit Abstreiffraktionen mit und ohne Zusatz von Tetralin gemacht. Hierbei ergibt sich, das überraschenderweise die hochsiedenden Fraktionen bessere Extraktionseigenschaften haben als die mit einem Siedepunkt von 200 - 250°. Nach den bisherigen Untersuchungen ist die ^{Fraktion} 275 - 350° am besten zur Extraktion geeignet. Hiermit wurde ein Aufschlußgrad von 81 % erreicht. Ein Zusatz von 20 % Tetralin brachte nur geringfügige Verbesserungen. Außerordentlich wirksam erwies sich dagegen ein Zusatz von 20 % Tetralin zur Fraktion 300 - 350°. Dieser ergab allein einen Aufschlußgrad von 78 %, durch Zusatz von 20 % Tetralin konnte sogar ein Aufschlußgrad von 85,6 % erreicht werden. Die Filterbarkeit war bei diesen Versuchen

Tabelle III.

Versuche mit Abtreiferfraktion.

Lösungsmittel	Temperatur	Reaktionszeit	Aufschlußgrad
Abtreifer 250-350°	430°	1/2 Std.	72,8 %
"	400°	2 Std.	79,3 %
"	450°	1 "	66,5 %
200-250°	"	1/2 "	53,8 %
250-300°	"	1/2 "	70,0 %
300-350°	"	1/2 "	78,2 %
250-300°	"	1 "	65,7 %
300-350°	"	1 "	69,0 %
275-350°	"	1/2 "	81,0 %
80% Abstr. 275-350° 20% Tetralin	450°	1/2 Std.	82,0 %
80% Abstr. 300-350° 20% Tetralin	450°	1/2 Std.	85,6 %

Es ist beabsichtigt, weitere Extraktionsversuche über den Ersatz des Tetralin-Kresol-Lösungsmittels durch Öle aus der Hydrierung durchzuführen.

Versuche zur Extraktion von Steinkohlen
in Abwesenheit von sauren Ölen.

Die gemeinsam mit den Herren Dr. Müschenborn und Dr. Schirrmacher durchgeführten Versuche hatten folgendes Ergebnis:

- 1) Es ist möglich, Steinkohle mit Tetralin-Naphthalin-Gemischen ohne Zusatz von Kresol unter bestimmten Bedingungen genau so gut zu extrahieren und zum selben Aufschlußgrad zu gelangen wie mit Tetralin-Kresol-Naphthalin-Gemischen.
- 2) Bei der Durchführung dieser Extraktionen ist darauf zu achten daß im kresolfreien Reinfiltrat unterhalb 120 - 130° ein Teil des Extraktes ausfällt. Bei Temperaturen von 150° ist jedoch aller Extrakt gelöst.
- 3) Die Richtigkeit der Laboratoriumsversuche konnte in einer längeren Versuchszeit in der Vaka bestätigt werden. Vor allem konnte auch hier nachgewiesen werden, daß weder die Filtrierbarkeit leidet, noch der Tetralinzerfall bei dieser Fahrweise vergrößert wird.
- 4) Versuche zur Extraktion von Steinkohlen mit Ölen aus der Hydrierung (sogenannte Abstreiferöle) ergaben, daß bei einer Lieferung von Abstreiferöl aus Leuna die von 275 bis 350° siedende Fraktion den besten Aufschlußgrad mit 81 % bezogen auf Feinkohle ergab.
- 5) Bei der Verwendung weniger günstiger Fraktionen (z.B. 300 - 350°) wird durch einen Zusatz von ca 20 % Tetralin ein Aufschlußgrad von über 85 % erreicht.
- 6) Ein Gemisch von etwa 80 % Abstreiferöl bestimmter Fraktion und etwa 20 % Tetralin erwies sich im Großbetrieb als für die Extraktion besonders geeignet erweisen, da zur Auswaschung der Restkohle wahrscheinlich Tetralin verwendet werden muß, andernfalls sich eine Rückstandsaufarbeitung nicht umgehen läßt.

en

Die nachfolgend beschriebenen Versuche wurden in bekannter Weise in 2 Liter-Röhrentoklaven durchgeführt. Zur Extraktion gelangte Mathias Stinnes Feinkohle in der Anmischung 1 : 1,5.

Die wichtigste Erkenntnis, die bei der Extraktion mit Tetralin-Naphthalin ohne Zusatz von Kresol gemacht wurde, war, daß die

depolymerisierende Wirkung des Kresols durch etwas höhere Extraktionstemperaturen ersetzt werden kann. Während bei 400° selbst bei 2 Stunden Versuchsdauer nur ein Aufschlußgrad von 57 % erreicht wird, wobei der Schaumschlud vollkommen unfiltrierbar ist, wird durch die Erhöhung der Temperatur um 10° auf 410° ein Aufschlußgrad von 65 % erreicht. Durch weitere Temperaturerhöhung auf 420 - 430° wird zwar kein höherer Aufschlußgrad erreicht, dagegen die Filtrierbarkeit außerst günstig beeinflusst. Bei langer Aufschlußzeit von 2 Stunden steigt mit der Temperatur der Tetralinzerfall. Es ist jedoch möglich bei 430° die Reaktionszeit auf eine halbe Stunde abzukürzen und den Tetralinzerfall auf die normale Höhe von ca 30 % zu bringen.

Interessant waren weitere Extraktionsversuche mit geringerer Tetralinangebot. Die Versuche ergaben, daß auf 100 Teile Steinkohle 60 Teile Tetralin anubieten sind, wenn optimale Aufschlußgrade erreicht werden sollen. Der Tetralinzerfall geht dabei auf 20 % zurück. Einzelheiten gehen aus den Tabellen hervor. Auch durch längere Extraktionszeiten konnten bessere Ergebnisse nicht erzielt werden.

Tabelle I.

Abhängigkeit von Aufschlußgrad, Filtrierbarkeit und Tetralinzerfall von der Aufschlußtemperatur.

Extraktion 2 Std. bei:	Aufschlußgrad	Filtrierbarkeit 155°, 5 atü	Tetralinzerfall	Schmelzpunkt d. Extrakte:
400°	57,2 %	unfiltrierbar	-	-
410°	65,8 %	5 Minuten	34,4 %	230°
420°	65,3 %	1 Minute	52,4 %	204°
430°	63,8 %	1/2 Minute	68,9 %	190°

Tabelle II.

Abhängigkeit von Aufschlußgrad und Tetralinzerfall von Tetralinangebot.

(Reaktionszeit 0,5 Stunden bei 430°)

Lösungsmittel: Tetralin Naphthalin Aufschlußgrad Tetralinanteil			
0 %	100 %	40 %	0 %
20 %	80 %	58,2 %	8,4 %
30 %	70 %	70,5 %	17,3 %
40 %	60 %	83,8 %	19,7 %
60 %	40 %	84,1 %	21,9 %
80 %	20 %	84,2 %	28,2 %

Für den Großbetrieb würde es eine nicht unwesentliche Vereinfachung und Verbilligung bedeuten, wenn man für die Hydrierung des Extraktes notwendige Anmischöl, das für die Extraktion erforderliche Lösungsmittel ersetzen könnte. Aus den bisherigen Versuchen geht hervor, daß ohne Weiteres, das in normalen Lösungsmittel vorhandene Kresol in Höhe von 20 % und das Naphthalin in Höhe von 25 % durch indifferentere Kohlenwasserstoffe zu ersetzen sind. Versuche, diese beiden Komponenten durch Anthracenöl (270 - 230°) zu ersetzen, ergeben, daß mit einem Lösungsmittel bestehend aus 70 % Anthracenöl und 30 % Tetralin ein Aufschlußgrad von 81,5 % zu erreichen ist.

Bei Anwendung eines solchen Lösungsmittel-Gemisches würde nur noch ein Drittel des Lösungsmittels in der Destillation abdestilliert werden müssen und zugleich eine sehr gleichmäßige Anmischung von Extrakt und schweröl für die Hydrierung anfallen. Infolge des geringen Tetralinangehaltes und Partialles hat die Tetralinfabrik viel weniger zu leisten.

Weitere Versuche wurden mit Abtreiferfraktionen mit und ohne Zusatz von Tetralin gemacht. Hierbei ergibt sich, das; überraschenderweise die hochsiedenden Fraktionen bessere Extraktionseigenschaften haben als die mit einem Siedepunkt von 200 - 250°. Nach den bisherigen Untersuchungen ist die ^{Fraktion} 275 - 350° am besten zur Extraktion geeignet. Hiermit wurde ein Aufschlußgrad von 81 % erreicht. Ein Zusatz von 20 % Tetralin brachte nur geringfügige Verbesserungen. Außerordentlich wirksam erwies ^{sich} dagegen ein Zusatz von 20 % Tetralin zur Fraktion 300 - 350°. Dieser ergab allein einen Aufschlußgrad von 78 % durch Zusatz von 20 % Tetralin konnte sogar ein Aufschlußgrad von 85,6 % erreicht werden. Die Filtrierbarkeit war bei diesen Versuchen

publ.

Tabelle III.

Versuche mit Abstreiferfraktion.

<u>Lösungsmittel</u>	<u>Temperatur</u>	<u>Reaktionszeit</u>	<u>Aufschlußgrad</u>
Abstreifer 250-350°	430°	1/2 Std.	72,6 %
"	400°	2 Std.	79,3 %
"	430°	1 "	66,5 %
200-250°	"	1/2 "	53,8 %
250-300°	"	1/2 "	70,0 %
300-350°	"	1/2 "	79,2 %
250-300°	"	1 "	55,7 %
300-350°	"	1 "	69,0 %
275-350°	"	1/2 "	81,0 %
80%abstr. 275-350° 20%Tetralin	430°	1/2 Std.	82,0 %
80%abstr. 300-350° 20%Tetralin	430°	1/2 Std.	85,6 %

Es ist beabsichtigt, weitere Extraktionsversuche über den Ersatz des Tetralin-Toluol-Lösungsmittels durch Öle aus der Hydrierung durchzuführen.

Ammer

Bag Target

2733 - U/4.11

Versuche zur Extraktion von Steinkohlen in Abwesenheit von sauren Ölen.

Die gemeinsam mit den Herren Dr. Mischenborn und Dr. Schirrmacher durchgeführten Versuche hatten folgendes Ergebnis:

- 1) Es ist möglich, Steinkohle mit Tetralin-Naphthalin-Gemischen ohne Zusatz von Kresol unter bestimmten Bedingungen genau so gut zu extrahieren und zum selben Aufschlußgrad zu gelangen wie mit Tetralin-Kresol-Naphthalin-Gemischen.
- 2) Bei der Durchführung dieser Extraktionen ist darauf zu achten, daß in kresolfreiem Reinfiltrat unterhalb $120 - 130^{\circ}$ ein Teil des Extraktes ausfällt. Bei Temperaturen von 150° ist jedoch alles Extrakt gelöst.
- 3) Die Richtigkeit der Laboratoriumsversuche konnte in einer längeren Versuchszeit in der Yaka bestätigt werden. Vor allem konnte auch hier nachgewiesen werden, daß weder die Filtrierbarkeit leidet, noch der Tetralinzerfall bei dieser Fahrweise vergrößert wird.
- 4) Versuche zur Extraktion von Steinkohlen mit Ölen aus der Hydrierung (sogenannte Abtreiferöle) ergaben, daß bei einer Lieferung von Abtreiferöl aus Lenna die von 275 bis 350° siedende Fraktion den besten Aufschlußgrad mit 81% bezogen auf Steinkohle ergab.
- 5) Bei der Verwendung weniger günstiger Fraktionen (z. B. $300 - 350^{\circ}$) wird durch einen Zusatz von ca. 20% Tetralin ein Aufschlußgrad von über 85% erreicht.
- 6) Ein Gemisch von etwa 80% Abtreiferöl bestimmter Fraktion und etwa 20% Tetralin dürfte sich in Großbetrieb als für die Extraktion besonders geeignet erweisen, da zur Auswaschung der Restkohle wahrscheinlich Tetralin verwendet werden muß, an demfalls sich eine Nachstandsaufarbeitung nicht ungehen läßt.

en

Die nachfolgend beschriebenen Versuche wurden in bekannter Weise in 2 Liter-Rührtrichtklaven durchgeführt. Zur Extraktion gelangte Mathias Stinner Steinkohle in der Annaischung $1 : 1,5$.

Die wichtigste Erkenntnis, die bei der Extraktion mit Tetralin-Naphthalin ohne Zusatz von Kresol gemacht wurde, war, daß die

depolymerisierende Wirkung des Kresols durch etwas höhere Extraktionstemperaturen ersetzt werden kann. Während bei 400° selbst bei 2 Stunden Versuchsdauer nur ein Aufschlußgrad von 37 % erreicht wird, wobei der Bohaufschluß vollkommen unfiltrierbar ist, wird durch die Erhöhung der Temperatur um 10° auf 410° ein Aufschlußgrad von 55 % erreicht. Durch weitere Temperaturerhöhung auf 420 - 430° wird zwar kein höherer Aufschlußgrad erreicht, dagegen die Filtrierbarkeit äußerst günstig beeinflusst. Bei längerer Aufschlußzeit von 2 Stunden steigt mit der Temperatur der Tetralinzerfall. Es ist jedoch möglich bei 430° die Reaktionszeit auf eine halbe Stunde abzukürzen und den Tetralinzerfall auf die normale Höhe von ca 30 % zu bringen.

Interessant waren weitere Extraktionsversuche mit geringem Tetralinangebot. Die Versuche ergaben, daß auf 100 Teile Steinkohle 60 Teile Tetralin anzuwenden sind, wenn optimale Aufschlußgrade erreicht werden sollen. Der Tetralinzerfall geht dabei auf 20 % zurück. Einzelheiten gehen aus den Tabellen hervor. Auch durch längere Extraktionszeiten konnten bessere Ergebnisse nicht erzielt werden.

Tabelle I.

Abhängigkeit von Aufschlußgrad, Filtrierbarkeit und Tetralinzerfall von der Aufschlußtemperatur.

Extraktion 2 Std.zeit	Aufschlußgrad	Filtrierbarkeit 155°, 5 atü	Tetralinzerfall	Schmelz- punkt d. Extrakte
400°	37,2 %	unfiltrierbar	-	-
410°	55,8 %	5 Minuten	34,4 %	230°
420°	55,3 %	1 Minute	52,4 %	204°
430°	55,9 %	1/2 Minute	68,9 %	190°

Tabelle II.

Abhängigkeit von Aufschlußgrad und Tetralinzerfall vom Tetralinangebot.

(Reaktionszeit 2,5 Stunden bei 430°)

Lösungsmittel: Tetralin Naphthalin Aufschlußgrad Tetralinanteil			
0 %	100 %	40 %	0 %
20 %	80 %	58,2 %	8,4 %
30 %	70 %	70,5 %	17,3 %
40 %	60 %	83,8 %	19,7 %
60 %	40 %	84,1 %	21,9 %
80 %	20 %	84,2 %	28,2 %

Für den Großbetrieb würde es eine nicht unwesentliche Vereinfachung und Verbilligung bedeuten, wenn das für die Hydrierung des Extraktes notwendige Amalgam, das für die Extraktion erforderliche Lösungsmittel ersetzen könnte. Aus den bisherigen Versuchen geht hervor, daß ein weiteres, das im normalen Lösungsmittel vorhandene Cresol in Höhe von 20 % und das Naphthalin in Höhe von 25 % durch indifferente Kohlenwasserstoffe zu ersetzen sind. Versuche, diese beiden Komponenten durch Anthracenol (270 - 290°) zu ersetzen, ergeben, daß mit einem Lösungsmittel bestehend aus 70 % Anthracenol und 30 % Tetralin ein Aufschlußgrad von 81,5 % zu erreichen ist.

Bei Anwendung eines solchen Lösungsmittel-Gemisches würde zur noch ein Mittel des Lösungsmittels in der Destillation abdestilliert werden müssen und zugleich eine sehr gleichmäßige Amalgamierung von Extrakt und Schwefel für die Hydrierung anfallen. Infolge des geringen Tetralinangebotes und Wertes hat die Tetralinfabrik viel weniger zu leisten.

Weitere Versuche wurden mit Abtrefferaktionen mit und ohne Zusatz von Tetralin gemacht. Hierbei ergibt sich das überraschende Resultat, daß die hochsiedenden Fraktionen bessere Extraktionseigenschaften haben als die mit einem Siedepunkt von 200 - 250°. Nach den bisherigen Untersuchungen ist die Fraktion 275 - 350° am besten zur Extraktion geeignet. Hiernit wurde ein Aufschlußgrad von 81 % erreicht. Ein Zusatz von 20 % Tetralin brachte nur geringfügige Verbesserungen. Außerordentlich wirksam erwies sich dagegen ein Zusatz von 20 % Tetralin zur Fraktion 300 - 350°. Dieser ergab allein einen Aufschlußgrad von 78 %, durch Zusatz von 20 % Tetralin konnte sogar ein Aufschlußgrad von 85,6 % erreicht werden. Die Filtrierbarkeit war bei diesen Versuchen

gut

Tabelle III.

Versuche mit Abtreiferfraktion.

<u>Lösungsmittel</u>	<u>Temperatur</u>	<u>Reaktionszeit</u>	<u>Aufschlußgrad</u>
Abtreifer 250-350°	420°	1/2 Std.	72,8 %
"	400°	2 Std.	79,3 %
"	450°	1 "	66,5 %
200-250°	"	1/2 "	55,8 %
250-300°	"	1/2 "	70,8 %
300-350°	"	1/2 "	75,2 %
250-300°	"	1 "	65,7 %
300-350°	"	1 "	69,0 %
275-350°	"	1/2 "	81,0 %
200-Abtr. 275-350° 200Tetraol	450°	1/2 Std.	82,0 %
200-Abtr. 300-350° 200Tetraol	450°	1/2 Std.	85,6 %

Es ist beabsichtigt, weitere Extraktionsversuche über den
Bereich des Tetraol-krasol-Lösungsmittels durch die aus der Hydrier-
ung durchzuführen.

Bag Target

Versuche zur Extraktion²⁷³⁸ von Steinkohlen in Abwesenheit von sauren Ölen.

Die gemeinsam mit den Herren Dr. Mischenborn und Dr. Schirrmacher durchgeführten Versuche hatten folgenden Ergebnis:

- 1) Es ist möglich, Steinkohle mit Tetralin-Naphthalin-Gemische ohne Zusatz von Kresol unter bestimmten Bedingungen genau so gut zu extrahieren und zum selben Aufschlußgrad zu gelangen wie mit Tetralin-Kresol-Naphthalin-Gemischen.
- 2) Bei der Durchführung dieser Extraktionen ist darauf zu achten daß im kresolfreien Reinfiltrat unterhalb $120 - 130^{\circ}$ ein Teil des Extraktes ausfällt. Bei Temperaturen von 150° ist jedoch alles Extrakt gelöst.
- 3) Die Richtigkeit der Laboratoriumversuche konnte in einer längeren Versuchszeit in der Yoke bestätigt werden. Vor allem konnte auch hier nachgewiesen werden, daß weder die Filtrierbarkeit leidet, noch der Tetralinverlust bei dieser Fahrweise vergrößert wird.
- 4) Versuche zur Extraktion von Steinkohlen mit Ölen aus der Hydrierung (sogenannte Abstreiferöle) ergaben, daß bei einer Lieferung von Abstreiferöl aus Lenna die von 275 bis 350° siedende Fraktion den besten Aufschlußgrad mit 81% bezogen auf Steinkohle-ergab.
- 5) Bei der Verwendung solcher sonstiger Fraktionen (z.B. $300 - 350^{\circ}$) wird durch einen Zusatz von ca. 20% Tetralin ein Aufschlußgrad von über 85% erreicht.
- 6) Ein Gemisch von etwa 50% Abstreiferöl bestimmter Fraktion und etwa 50% Tetralin dürfte sich im Großbetrieb als für die Extraktion besonders geeignet erweisen, da zur Auswechslung der Restkohle wahrscheinlich Tetralin verwendet werden muß, andernfalls sich eine Rückstandsaufarbeitung nicht ungehen läßt.

Die nachfolgend beschriebenen Versuche wurden in bekannter Weise im 2 Liter-Rührautoklaven durchgeführt. Zur Extraktion gelangte Mathias Stinnes Feinkohle in der Annemischung $1 : 1,5$.

Die wichtigste Erkenntnis, die bei der Extraktion mit Tetralin-Naphthalin ohne Zusatz von Kresol gemacht wurde, war, daß die

depolymerisierende Wirkung des Krescils durch etwas höhere Extraktionstemperaturen ersetzt werden kann. Während bei 400° selbst bei 2 Stunden Versuchsdauer nur ein Aufschlußgrad von 57 % erreicht wird, wobei der Nachaufschluß vollkommen unfiltrierbar ist, wird durch die Erhöhung der Temperatur um 10° auf 410° ein Aufschlußgrad von 65 % erreicht. Durch weitere Temperaturerhöhung auf 420 - 430° wird zwar kein höherer Aufschlußgrad erreicht, dagegen die Filtrierbarkeit äußerst günstig beeinflusst. Bei längerer Aufschlußzeit von 2 Stunden steigt mit der Temperatur der Tetralinzerfall. Es ist jedoch möglich bei 430° die Reaktionszeit auf eine halbe Stunde abzukürzen und den Tetralinzerfall auf die normale Höhe von ca 30 % zu bringen.

Interessant waren weitere Extraktionsversuche mit geringeren Tetralinangebot. Die Versuche ergaben, daß auf 100 Teile Steinkohle 50 Teile Tetralin ausbleiben sind, wenn optimale Aufschlußgrade erreicht werden sollen. Der Tetralinzerfall geht dabei auf 20 % zurück. Einzelheiten gehen aus den Tabellen hervor. Auch durch längere Extraktionszeiten konnten bessere Ergebnisse nicht erzielt werden.

Tabelle I.

Abhängigkeit von Aufschlußgrad, Filtrierbarkeit und Tetralinzerfall von der Aufschlußtemperatur.

Extraktion 2 Std. bei:	Aufschlußgrad	Filtrierbarkeit 155°, 5 atk	Tetralinzerfall	Schmelz- punkt d. Extrakt
400°	57,2 %	unfiltrierbar	-	-
410°	65,8 %	5 Minuten	34,4 %	230°
420°	65,7 %	1 Minute	32,4 %	204°
430°	68,8 %	1/2 Minute	68,9 %	190°

Tabelle II.

Abhängigkeit von Aufschlußgrad und Tetralinzerfall von Tetralinangebot.

(Reaktionszeit 0,5 Stunden bei 430°)

Lösungsmittel: Tetralin Naphtholin Aufschlußgrad Tetralinzerfall

0 %	100 %	42 %	0 %
20 %	80 %	58,2 %	8,4 %
30 %	70 %	70,5 %	17,3 %
40 %	60 %	83,8 %	19,7 %
50 %	50 %	84,1 %	21,9 %
60 %	40 %	84,2 %	26,2 %

Für den Großbetrieb würde es eine nicht unwesentliche Vereinfachung und Verbilligung bedeuten, wenn das für die Hydrierung des Extraktes notwendige Anmischöl, das für die Extraktion erforderliche Lösungsmittel ersetzen könnte. Aus den bisherigen Versuchen geht hervor, daß chl^l seitares, das in normalen Lösungsmittel vorhandene Kresol in Höhe von 20 % und das Naphtholin in Höhe von 25 % durch indifferente Kohlenwasserstoffe zu ersetzen sind. Versuche, diese beiden Komponenten durch Anthracenöl (270 - 350^o) zu ersetzen, ergaben, daß mit einem Lösungsmittel bestehend aus 70 % Anthracenöl und 30 % Tetralin ein Aufschlußgrad von 81,5 % zu erreichen ist.

Bei Anwendung eines solchen Lösungsmittel-Gemisches würde nur noch ein Drittel des Lösungsmittels in der Destillation abdestilliert werden müssen und zugleich eine sehr gleichmäßige Anmischung von Extrakt und Schweröl zur Hydrierung entfallen. Infolge des geringen Tetralinangebotes und Wertes hat die Tetralinfabrik viel weniger zu leisten.

Weitere Versuche wurden mit Abtreiberfraktionen mit und ohne Zusatz von Tetralin gemacht. Hierbei ergibt sich, daß überraschenderweise die hochsiedenden Fraktionen bessere Extraktionseigenschaften haben als die mit einem Siedepunkt von 200 - 250^o. Nach den bisherigen Untersuchungen ist die ^{Fraktion} 275 - 350^o am besten zur Extraktion geeignet. Hiemit wurde ein Aufschlußgrad von 81 % erreicht. Ein Zusatz von 20 % Tetralin brachte nur geringfügige Verbesserungen. Außerordentlich wirksam erwies ^{sich} dagegen ein Zusatz von 20 % Tetralin zur Fraktion 300 - 350^o. Dieser ergab allein einen Aufschlußgrad von 78 % durch Zusatz von 20 % Tetralin konnte sogar ein Aufschlußgrad von 85,6 % erreicht werden. Die Filterbarkeit war bei diesen Versuchen

gut

Tabelle III.

Versuche mit Abtreiferfraktion.

Lösungsmittel	Temperatur	Reaktionszeit	Aufschlußgrad
Abtreifer 250-350°	430°	1/2 Std.	72,8 %
"	400°	2 Std.	79,3 %
"	430°	1 "	66,5 %
200-250°	"	1/2 "	53,8 %
250-300°	"	1/2 "	70,0 %
300-350°	"	1/2 "	78,2 %
250-300°	"	1 "	59,7 %
300-350°	"	1 "	59,0 %
275-350°	"	1/2 "	81,0 %
80%abstr. 275-350° 20%Tetrafin	430°	1/2 Std.	82,0 %
80%abstr. 300-350° 20%Tetrafin	430°	1/2 Std.	85,6 %

Es ist beabsichtigt, weitere Extraktionsversuche über den
Bereich des Tetrafin-Triacetyl-Lösungsmittels durch die aus der Hydrier-
ung durchzuführen.

Handwritten signature

Erg Target

273 Schema für Lösemittelverbleib bei Rohaufschluss,

Filtration, Destillation und Auskühlung.

Stündlicher Lösemittelverbrauch: 18 t

4,5 t Naphtalin = 25,0 %
10,0 t Tetralin = 55,5 %
3,5 t Kresol = 19,5 %

Waschflüssigkeit bei der Filtration: 7 t/h

1,75 t Naphtalin = 25,0 %
3,90 t Tetralin = 55,5 %
1,35 t Kresol = 19,5 %

Anfall von 2,0 t Restkohle (Lösungsmittel dabei nicht berücksichtigt)

18 t Lösungsmittel
12 t Kohle
7 t Waschflüssigkeit
<u>37 t</u>
- 2 t

35,0 t Reinfiltrat mit 10 t
Extrakt

Nach der Extrakteinengung

25,0 t Destillat

Bei einem Anfall von 4 t Naphtalin auf 10 t Extrakt setzt sich das

Destillat zusammen aus:

10,25 t Naphtalin = 41,0 %
9,9 t Tetralin = 39,5 %
4,85 t Kresol = 19,5 %

Nach der Kühlung auf 20° bleiben 25 % Naphtalin im Lösungsmittel.

Es fallen nach der Schleuderung an:

19,25 t Lösungsmittel mit

4,85 t Naphtalin = 25,2 %
9,65 t Tetralin = 50,2 %
4,75 t Kresol = 24,6 %

und 5,75 t Naphtalin mit

0,50 t Lösungsmittel = 8,7 %

E.-Karnap, den 9. September 1936.

20

BAG # 2733

Target U/4.11

Bo Troop

ANALYTICAL

Hauptlaboratorium Welheim

42
Kalle

Vorschriften für die
Beschaffenheit und Untersuchung
der Erzeugnisse der
Verkaufsvereinigung
für Teererzeugnisse G. m. b. H.,
Essen

Egg

Target

27 3

U/4.11

Inhalt

A. Beschaffenheitsvorschriften

Blatt Nr.	1	Pech	Ausgabe 1932
„ „	2	Präparierte Teere	„ 1932
„ „	3	Öle I	„ 1932
„ „	4	Öle II	„ 1932
„ „	5	Öle III	„ 1932
„ „	6	Öle IV	„ 1932
„ „	7	Naphthalin	„ 1932
„ „	8	Anthracen- und Anthracenrückstände	„ 1932
„ „	9	Pyridinbasen	„ 1932
„ „	10	Pechkoks	„ 1932

B. Untersuchungsvorschriften

Blatt Nr.	Pech	Ausgabe	1932
11			
12	Präparierte Teere	1932	
13	Straßenteere	1932	
14	Straßenteere (Sondervorschrift)	1932	
15	Öle	1932	
16	Imprägnieröl „Deutsche Reichsbahn“ (Sondervorschrift)	1932	
17	Amerikaöl (Sondervorschrift)	1932	
18	Naphthalin	1932	
19	Amerikanaphthalin (Sondervorschrift)	1932	
20	Anthracen	1932	
21	Anthracenrückstände	1932	
22	Pyridinbasen	1932	
23	Tetracarnit (Sondervorschrift)	1932	
24	Pechkoks	1932	

C. Typentafel 1932

Blatt Nr. 25

Abkürzungen

DENOG	= Deutsche Normalgeräte
DIN	= Deutsche Industrie-Norm
DVM	= Deutscher Verband für die Materialprüfungen der Technik
E	= Englergrade
EP	= Erweichungspunkt
E. P. C.	= Viskosimeter der Ecole Nationale des Ponts et Chaussées
G	= Glasretorte
h.	= höchstens
/... h	= Abkühldauer
K	= Kupferblase
K.-S.	= Kraemer-Sarnow
m.	= mindestens
o. T.	= offener Tiegel
P. L. M.	= Vorschrift der Eisenbahngesellschaft Paris-Lyon-Méditerranée
PM	= Pensky-Martens
Strabag	= Straßenbau A.G.
TGK	= Tiefgekühlt
WE	= Wärmeeinheiten

A. Beschaffungsvorschriften

3E
1

Verkaufsvereinigung für Teererzeugnisse
Essen

Pech
Beschaffenheits-
vorschriften
1932

1

PECH

Bezeichnung	Typ	Prüfung auf	Geforderte Eigenschaften	Untersuchungsanweisung s. Blatt
Brikettpech	A	Erweichungspunkt	60 - 75°	11
		bei Lieferungen an das Kohlsyndikat	65 - 70° (Toleranz ± 5°)	
		Verkokungsrückstand	h. 45 %	
		Asche	h. 0,5 %	
		Verhalten gegen Anilin und Pyridin (freier Kohlenstoff)	bei Gasteerpech unlösli. h. 30 %	
Weichpech	B	Erweichungspunkt	40 - 60°	11
			bei Kokereiteerpech unlösli. h. 25 %	
Klebmasse DIN DVM 2138	B	Beschaffenheit bei 20°	fest, glatt und glänzend	11
		Erweichungspunkt	m. 30° und h. 50°	
		Wasser	h. 1 %	
		Asche	h. 1 %	
		Naphthalin	h. 3 %	
		Sieverhalten	bis 250° h. 4 %	
Hartpech	C	Erweichungspunkt	über 75°	11

V. Gerstl, Essen

2

PRÄPARIERTE TEERE

Bezeichnung	Typ	Prüfung auf	Geforderte Eigenschaften	Unter-suchungs-anweisung s. Blatt
Dacklack	A 1	Spez. Gewicht bei 20° Wasser	h. 1 %	12
Dachanstrich- stoffe DIN DVM 2136	A 1	Beschaffenheit bei 20° Wasser Asche Naphthalin Siedeverhalten Viskosität (nach Rüt- gers) bei 50°	Flüssig, glatt und glänzend h. 1 % h. 1 % h. 5 % bis 200° h. 2 % bis 250° h. 25 % 20 - 60 Sek. 2)	12 12 12 12 12
Dest. Teer	A 2	Wasser	h. 1 %	12
Stahlwerksteer	B	Wasser Schäumen	h. 0,3 %	12 12
Straßenteer	C			
Anthracenöl- teer 60/40		Viskosität bei 30° Wasser Leichtöl (bis 170°) Mittelöl (170 - 270°) Schweröl (270 - 300°)	20 - 70 Sek. h. 0,5 % h. 1 % 1 - 10 % 4 - 12 %	13 13 13 13
		Anthracenöl, umgerechnet Pechrückstand; umge- rechnet auf EP 67° Phenole Naphthalin Rohanthracen Freien Kohlenstoff Spez. Gewicht bei 25°	17 - 31 % 56 - 64 % h. 3 % h. 3 % h. 3 % 5 - 16 % h. 1,22	13 13 13 13 13
Anthracenöl- teer 65/35		Viskosität bei 40° Wasser	15 - 40 Sek. h. 0,5 %	13 13

1) Ist bei allen Bestellungen anzugeben.

2) Die Teerprodukten-Vereinigung des Ostens unterscheidet:
Dickflüssig 60 - 65 Sek. Mittelflüssig 42 - 45 Sek. Dünflüssig
35 - 38 Sek. Extra dünnflüssig 25 - 30 Sek.

Bezeichnung	Typ	Prüfung auf	Geforderte Eigenschaften	Untersuchungsanweisung s. Blatt
Anthracenöl-teer 70/30		Leichtöl (bis 170°)	h. 1%	13
		Mittelöl (170 - 270°)	i - 8%	13
		Schweröl (270 - 300°)	3 - 10%	13
		Anthracenöl, umgerechnet	17 - 27%	13
		Pechrückstand, umgerechnet auf EP. 67°	61 - 69%	13
		Phenole	h. 2%	13
		Naphthalin	h. 3%	13
		Rohanthracen	h. 3,5%	13
		Freien Kohlenstoff	5 - 18%	13
		Spez. Gewicht bei 25°	h. 1,24	13
		Viskosität bei 40°	40 - 80 Sek.	13
		Wasser	h. 0,5%	13
Straßenteer I		Leichtöl (bis 170°)	h. 1%	13
		Mittelöl (170 - 270°)	1 - 6%	13
		Schweröl (270 - 300°)	2 - 8%	13
		Anthracenöl, umgerechnet	15 - 25%	13
		Pechrückstand, umgerechnet auf EP. 67°	66 - 74%	13
		Phenole	h. 2%	13
		Naphthalin	h. 2%	13
		Rohanthracen	h. 4%	13
		Freien Kohlenstoff	5 - 18%	13
		Spez. Gewicht bei 25°	h. 1,25	13
		Viskosität bei 30°	10 - 17 Sek.	13
		Wasser	h. 0,5%	13
Straßenteer II		Leichtöl (bis 170°)	h. 1%	13
		Mittelöl (170 - 270°)	9 - 17%	13
		Schweröl (270 - 300°)	4 - 12%	13
		Anthracenöl, umgerechnet	14 - 27%	13
		Pechrückstand, umgerechnet auf EP. 67°	55 - 65%	13
		Phenole	h. 3%	13
		Naphthalin	h. 4%	13
		Rohanthracen	h. 3%	13
		Freien Kohlenstoff	5 - 16%	13
		Spez. Gewicht bei 25°	h. 1,22	13
		Viskosität bei 30°	20 - 100 Sek.	13
		Wasser	h. 0,5%	13
Leichtöl (bis 170°)	h. 1%	13		

Bezeichnung	Typ	Prüfung auf	Geforderte Eigenschaften	Untersuchungsanweisung s. Blatt
Straßenteere*) mit Asphaltbitumen		Mittelöl (170 - 270°)	8 - 16%	13
		Schweröl (270 - 300°)	6 - 12%	13
		Anthracenöl, umgerechnet	12 - 26%	13
		Pechrückstand, umgerechnet auf EP. 67°	60 - 70%	13
		Phenole	h. 3%	13
		Naphthalin	h. 4%	13
		Rohanthracen	h. 3,5%	13
		Freien Kohlenstoff	5 - 18%	13
		Spez. Gewicht bei 25°	h. 1,24	13
		Gehalt an Asphaltbitumen	Nach Bestellung	13
		Viskosität		13

Sondererzeugnisse

V. f. T.-Wetterteer	Erstarrungspunkt	Wasser	Siedegrenzen	Saure Öle	Naphthalin	Rohanthracen	Freien Kohlenstoff	Spez. Gewicht bei 25°															
	30 - 35°	unter - 25°	h. 0,5%	bis 270° h. 1%	bis 300° h. 5%	frei	frei	h. 4%	h. 18%	h. 1,24													
	14	14	13	13	13	13	13	13	13														
Anthracenöl-teer 50/50	Viskosität bei 30°	4 - 17 Sek.	h. 0,5%	Leichtöl (bis 170°)	h. 1%	Mittelöl (170 - 270°)	1 - 15%	Schweröl (270 - 300°)	4 - 12%	Anthracenöl, umgerechnet	25 - 40%	Pechrückstand, umgerechnet auf EP. 67°	46 - 54%	Phenole	h. 3%	Naphthalin	h. 3%	Rohanthracen	h. 3%	Freien Kohlenstoff	5 - 16%	Spez. Gewicht bei 25°	h. 1,22

*) Die oberen Grenzwerte der Straßenteernormen für Wassergehalt, Leichtöl, Mittelöl, Schweröl, Phenole, Naphthalin und spez. Gewicht dürfen nicht überschritten werden.

3

ÖLE I
A. Heiz- und Treiböle

Bezeichnung	Typ	Prüfung auf	Geforderte Eigenschaften	Unter-suchungs-anweisung s. Blatt
Straßenteer Frankreich		Viskosität (E. P. C.) bei 18°	4-100 Sek.	14
		Wasser	h. 1%	13
		Leichtöl (bis 170°)	h. 1%	13
		Mittelöl (170-270°)	12-24%	13
		Schweröl (270-300°)	4-12%	13
		Phenole	h. 5%	13
		Naphthalin	h. 8%	13
		Freien Kohlenstoff	5-22%	13
Spez. Gewicht bei 15°	1,160-1,225	13		
Dünnteer Frankreich		Viskosität (E. P. C.) bei 18°	4-30 Sek.	14
		Wasser	h. 1%	13
		Leichtöl (bis 170°)	h. 1%	13
		Mittelöl (170-270°)	11-24%	13
		Schweröl (270-300°)	4-12%	13
		Destillate zwischen 170 und 300°	m. 20%	13
		Destillate zwischen 300 und 360°	20-30%	13
		Pechrückstand	48-55%	13
Phenole	h. 3%	13		
Naphthalin	h. 6%	13		
Freien Kohlenstoff	5-18%	13		
Spez. Gewicht bei 15°	1,160-1,225	13		

Sonderbestimmungen

Bayern:

Anthracen-
ölteer 60/40

Straßenteer I

Strabag:

Anthracen-
ölteer 60/40

Anthracenöl-
teer 60/40
mit 10%
Spramex

Freien Kohlenstoff	8-15%	13
	möglichst 40-60 Sek.	13
Viskosität bei 30°	möglichst 60-80 Sek.	13

Bezeichnung	Typ	Prüfung auf	Geforderte Eigenschaften	Unter-suchungs-anweisung s. Blatt
Heizöl	I A 1	Spez. Gewicht bei 20°	1,02-1,08	15
		Siedeverlauf (K.)	bis 270° m. 13%	15
		Flammpunkt (o. T.)	m. 65°	15
		Wasser	h. 0,5%	15
		Verkokungsrückstand	h. 3%	15
		Asche	h. 0,05%	15
		Satzfreiheit	0°/3h	15
		Xylolunlösliches	h. 0,2%	15
Unteren Heizwert	etwa 9000 WE	15		
Heizöl TGK	I A 2	Spez. Gewicht bei 20°	1,02-1,08	15
		Siedeverlauf (K.)	bis 270° m. 13%	15
		Flammpunkt (o. T.)	m. 65°	15
		Wasser	h. 0,5%	15
		Verkokungsrückstand	h. 3%	15
		Asche	h. 0,05%	15
		Satzfreiheit	- 7°/24h	15
		Xylolunlösliches	h. 0,2%	15
Unteren Heizwert	etwa 9000 WE	15		
Heizöl DRP 301 651	I A 3	Spez. Gewicht bei 20°	h. 1,08	15
		Flammpunkt (o. T.)	m. 65°	15
		Wasser	h. 0,5%	15
		Verkokungsrückstand	h. 3%	15
		Asche	h. 0,02%	15
		Satzfreiheit	- 7°/24h	15
		Xylolunlösliches	h. 0,2%	15
		Chlor	h. 0,02%	15
Schwefel	h. 1%	15		
Unteren Heizwert	etwa 9000 WE	15		
Marine-Heizöl	I A 4	Spez. Gewicht bei 20°	1,00-1,12	15
		Flammpunkt (P. M.)	m. 75°	15
		Viskosität	bei 20° 1,5-2,5° E. 3	15
		Wasser	h. 1%	15
		Verkokungsrückstand	h. 3%*	15

*) nach Conradson Test höchstens 2% (Untersuchungsvorschrift der American Society for Testing Materials).

1

Bezeichnung	Typ	Prüfung auf	Geforderte Eigenschaften	Untersuchungsanweisung s. Blatt
Marine-Heizölmischung	I A 5	Asche	h. 0,05 %	15
		Satzfreiheit	8°/3h	15
		Schwefel	etwa 0,8 %	15
		Oberer Heizwert	etwa 9300 WE	15
		Unteren Heizwert	etwa 9000 WE	15
		Spez. Gewicht bei 20°	m. 1,00	15
		Flammpunkt (o. T.)	m. 75°	15
		Viskosität	bei 20° h. 8° E	15
		Wasser	h. 1 %	15
		Satzfreiheit	8°/2h	15
Xylolunlösliches	h. 4 %	15		
Mechanische Verunreinigungen	frei	15		
Heizteer	I A 6	Unteren Heizwert	m. 8500 WE	15
		Spez. Gewicht bei 20°	1,10 - 1,16	15
		Flammpunkt (o. T.)	m. 65°	15
		Viskosität (Straßen-teer-Konsistometer)	bei 20° weniger als 4 Sekunden	13
		Wasser	h. 1 %	15
		Satzfreiheit	0°/3h	15
		Asche	h. 0,3 %	15
Äußere Beschaffenheit	blank	15		
Treiböl	I A 7	Spez. Gewicht bei 20°	1,02 - 1,08	15
		Siedeverlauf (K.)	bis 300° m. 60 %	15
Parellin	I A 1	Flammpunkt (o. T.)	m. 65°	15
		Wasser	h. 0,5 %	15
		Verkokungsrückstand	h. 3 %	15
		Asche	h. 0,02 %	15
		Satzfreiheit	0°/24h	15
		Xylolunlösliches	h. 0,2 %	15
		Chlor	h. 0,01 %	15
		Schwefel	h. 1 %	15
		Unteren Heizwert	etwa 9000 WE	15
		Sondererzeugnis entspricht Heizöl Typ I A 1.		

B. Imprägnieröle

Bezeichnung	Typ	Prüfung auf	Geforderte Eigenschaften	Untersuchungsanweisung s. Blatt
Deutsche Reichsbahn	I B 1	Spez. Gewicht bei 20° Siedeverlauf (G.)	1,04 - 1,15 bis 150° h. 3 % bis 200° h. 10 % bis 235° h. 20 %	16 16 16 16
		Wasser	h. 1 %	16
		Saure Öle	m. 5 %	16
		Satzfreiheit	30°	16
		Benzolunlösliches (Tupfprobe)	Spuren reines Steinkohlenteeröl	16
Belgien	I B 2	Spez. Gewicht bei 20° Siedeverlauf (G.)	1,05 - 1,10 bis 200° 0 % bis 250° h. 33 %	15 15
		Farbe	grünlich	15
		Wasser	h. 1 %	15
		Naphthalin bei 15°	m. 15 % reines Steinkohlenteeröl	15
Frankreich	I B 3	Spez. Gewicht bei 20° Siedeverlauf (G.)	1,02 - 1,10 bis 150° h. 0,5 % bis 200° h. 4 % bis 235° h. 40 %	15 15 15
		Rückstand über 315°	h. 30 %	15
		Farbe	grünlich	15
		Wasser	h. 1 %	15
P. L. M.	I B 4	Naphthalin bei 0°	m. 7 % h. 20 %	15
		Saure Öle	m. 3 % h. 12 %	15
		Satzfreiheit	40°	15
		Benzolunlösliches	h. 0,2 % reines Steinkohlenteeröl	15
		Spez. Gewicht bei 20°	1,015 - 1,06	15
Wasser	h. 1 %	15		
Naphthalin bei 15°	Spuren	15		
Saure Öle	m. 6 %	15		
Satzfreiheit	40°	15		
Verhalten gegen Benzol	klar reines Steinkohlenteeröl	15		

Bezeichnung	Typ	Prüfung auf	Geforderte Eigenschaften	Untersuchungsanweisung s. Blatt
Rumänien	I B 5	Spez. Gewicht bei 20° Siedeverlauf (G.)	1,04 - 1,15	15
			bis 150° h. 3 %	15
			bis 200° h. 15 %	15
			bis 235° h. 30 %	15
		Wasser	frei	15
		Saure Öle	m. 6 %	15
		Satzfreiheit	40°	15
		Verhalten gegen Benzol (Tupfprobe)	klar reines Steinkohlenteeröl	15
Schweden	I B 6	Spez. Gewicht bei 20° Siedeverlauf (G.)	1,04 - 1,15	15
			bis 150° h. 3 %	15
		Saure Öle	m. 3 %	15
		Satzfreiheit	40°	15
		Verhalten gegen Benzol (Tupfprobe)	Spuren unlösl. klar reines Steinkohlenteeröl	15
Norwegen	I B 7	Spez. Gewicht bei 20° Siedeverlauf (G.)	1,04 - 1,15	15
			mögl. 1,07	15
			bis 150° h. 3 % (Vol.-%)	15
			bis 250° h. 30 % (Gew.-%)	15
		Wasser	h. 2 %	15
		Saure Öle	m. 5 % h. 10 %	15
		Satzfreiheit	40°	15
		Verhalten gegen Benzol	Spuren unlösl.	15
Holland	I B 8	Spez. Gewicht bei 20° Siedeverlauf (G.)	1,04 - 1,08	15
			bis 180° h. 2 %	15
			bis 200° h. 7 %	15
			bis 250° h. 30 %	15
		Wasser	h. 1 %	15
		Saure Öle	m. 10 %	15
		Satzfreiheit	15°	15
			reines Steinkohlenteeröl in Kopfholz muß es völlig eindringen	15



Bezeichnung	Typ	Prüfung auf	Geforderte Eigenschaften	Untersuchungsanweisung s. Blatt
Prinz-Heinrich-Bahn	I B 9	Spez. Gewicht bei 20° Siedebeginn (G.) Naphthalin bei 15° Saure Öle Satzfreiheit Verhalten gegen Benzol	1,08	15
			bei 203°	15
			m. 10 %	15
			m. 10 %	15
			40°	15
			klarlöslich reines Steinkohlenteeröl	15
Schweiz, Dänemark, Italien	I B 10	Spez. Gewicht bei 20° Siedeverlauf (G.)	1,04 - 1,10	15
			bis 150° h. 3 %	15
		Wasser	h. 1 %	15
		Saure Öle	m. 6 %	15
		Satzfreiheit	40°	15
		Verhalten gegen Benzol (Tupfprobe)	Spuren unlösl. Italien: h. 0,5 % unl.	15
Amerika	I B 11	Spez. Gewicht bei 20° Siedeverlauf (Sondervorschrift) Rückstand über 355°	1,05 - 1,10	15
			bis 210° h. 5 %	17
			bis 235° h. 25 %	17
			nicht mehr als 20 %	17
		Wasser	h. 1 %	15
		Satzfreiheit	15°	15
		Ausscheidungen bei 8°/3h	s. Sondervorschrift reines Steinkohlenteeröl	17
Finnland	I B 12	Spez. Gewicht bei 20° Siedeverlauf (G.)	1,04 - 1,10	15
			bis 150° h. 3 %	15
			bis 235° h. 35 %	15
			m. 6 %	15
		Saure Öle	21°	15
		Satzfreiheit	21°	15
		Verhalten gegen Benzol (Tupfprobe)	klarlöslich	15
		Verunreinigungen	frei reines Steinkohlenteeröl	15



GE
1

Bezeichnung	Typ	Prüfung auf	Geforderte Eigenschaften	Untersuchungsanweisung s. Blatt		
Lettland, Litauen	I B 13	Spez. Gewicht bei 38° Siedeverlauf (G.)	1,015 - 1,07	15		
			bis 205° h. 7%	15		
			bis 230° h. 40%			
				Rückstand über 315°	m. 22 g weich, nicht steif	15
				Wasser	h. 2%	15
				Saure Öle	m. 5%, h. 16%	15
				Satzfreiheit	32°/2h	15
		Verhalten gegen Benzol	h. 0,4% unlösl.	15		
		Verhalten bei 38°	vollständig flüssig			

Bezeichnung	Typ	Prüfung auf	Geforderte Eigenschaften	Untersuchungsanweisung s. Blatt		
Jugoslavien		Spez. Gewicht bei 20° Siedeverlauf (G.)	1,04 - 1,10	15		
			bis 150° h. 3%	15		
			bis 200° h. 15%			
				Wasser	h. 2%	15
				Saure Öle	m. 6%	15
				Satzfreiheit	40°	15
		Verhalten gegen Benzol	h. 0,5%	15		
		Tupfprobe	Spuren			

Sondererzeugnisse

Österr. Bundesbahnen		Spez. Gewicht bei 20° Siedeverlauf (G.)	1,01 - 1,10	15
			bis 150° h. 3%	15
			Hauptmenge zwischen 180 - 350°	
			Saure Öle	m. 6%
		Verhalten gegen Benzol	frei v. ungel. Stoffen bei Tränkungs-temperatur dünnflüssig	15

Bulgarien		Spez. Gewicht bei 20° Siedeverlauf (G.)	1,04 - 1,15	15
			bis 150° h. 3%	15
			bis 230° h. 40%	
			bis 350° h. 85%	
		Saure Öle	m. 3%	15
		Satzfreiheit	40°	15
		Verhalten gegen Benzol bei 40° (Tupfprobe)	h. 0,4%	15
			reines Steinkohlenteeröl	

Polen		Spez. Gewicht bei 20° Siedeverlauf (G.)	1,04 - 1,15	15
			bis 150° h. 3%	15
			bis 200° h. 15%	
			bis 235° h. 30%	
		Saure Öle	m. 6%	15
		Satzfreiheit	40°	15
		Verhalten gegen Benzol (Tupfprobe)	klarlöslich reines Steinkohlenteeröl	15

Ungarn		Spez. Gewicht bei 20° Siedeverlauf (G.)	1,04 - 1,15	15	
			bis 235° h. 25%	15	
			Saure Öle	m. 6%	15
			Satzfreiheit	40°	15
		Verhalten gegen Benzol (Tupfprobe)	Spuren	15	

Tschecho-Slowakei		Spez. Gewicht bei 20° Siedeverlauf (G.)	1,04 - 1,15	15
			bis 200° h. 10%	15
			bis 235° h. 25%	
			bis 250° h. 35%	
			Saure Öle	m. 6%
		Satzfreiheit	40°	15
		Verhalten gegen Benzol (Tupfprobe)	Spuren	15

Portugal		Spez. Gewicht bei 50°	m. 1,015	15	
			Wasser	vollk. frei	15
			Saure Öle	m. 6%	15
			Naphthalin bei 15°	h. 5%	15
			Verhalten gegen Benzol	Spuren unlösl.	15
			Verhalten bei 38°/½h	vollständig flüssig reines Steinkohlenteeröl	

4

ÖLE II
Benzolwaschöle

Bezeichnung	Typ	Prüfung auf	Geforderte Eigenschaften	Untersuchungsanweisung s. Blatt
Türkel		Spez. Gewicht bei 20° Siedeverlauf (Ö.)	1,04 - 1,15	15
			bis 150° h. 3 %	15
			bis 200° h. 15 %	
			bis 235° h. 30 %	
Saure Öle Satzfreiheit Verhalten gegen Benzol Tupfprobe			m. 3 %	15
			40°	15
			Spuren unlösl.	15
			klar reines Steinkohlenteeröl	
Solution Oil		Spez. Gewicht bei 38° Siedeverlauf	1,05 - 1,12	15
			bis 210° h. 5 %	17
			bis 235° h. 25 %	
Rückstand über 355°			falls mehr als 26 % Schwimmprobe bei 70° h. 50 Sekunden	17
			h. 3 %	15
			h. 2 %	15
Wasser Benzolunlösliches Rückstand der Verkokung			h. 6 %	15
			reines Steinkohlenteerergebnis, m. 80 % Teerdestillat, der Rest soll reiner Teer sein	
C. Karbolöle				
Karbolöl	I C 1	Siedeverlauf (K.)	bis 190° m. 25 % bis 200° m. 50 % bis 215° m. 90 %	15
Kreosotöl	I C 2	Spez. Gewicht bei 20° Wasser Satzfreiheit	1,02 - 1,07	15
			h. 1 %	15
			15°	15
Rohe Handelskarbolsäure	I C 3	Saure Öle	15 - 60 % nach Auftrag	15
D. Kalkstickstofföl				
Kalkstickstofföl	I D	Flammpunkt (o. T.) Wasser Saure Öle	m. 110° h. 1 % h. 8 %	15 15 15

s. Feinuntersuchung

Bezeichnung	Typ	Prüfung auf	Geforderte Eigenschaften	Untersuchungsanweisung s. Blatt
Benzolwaschöl 80 %ig	II A	Siedeverlauf (K.)	bis 200° h. 10 % bis 300° m. 80 %	15
			h. 1 %	15
			h. 10 %	15
Benzolwaschöl 90 %ig	II B	Siedeverlauf (K.)	bis 200° h. 10 % bis 300° m. 90 %	15
			h. 1 %	15
			h. 10 %	15
Solvay-Öl	II C	Siedeverlauf (K.)	bis 210° h. 1 % bis 300° m. 90 %	15
			zwischen 210 u. 300° möglichst gleichmäßig verteilt	
			Wasser Satzfreiheit	h. 1 % 0°/½h

W. Garrecht, Essen

5

ÖLE III
Schwere Öle

Bezeichnung	Typ	Prüfung auf	Geforderte Eigenschaften	Untersuchungsanweisung s. Blatt
Anthracenöl	III A	Spez. Gewicht bei 20°	1,08 – 1,10	15
		Wasser	h. 1 %	15
		Satzfreiheit	15°	15
Karbolineum	III B	Spez. Gewicht bei 20°	1,08 – 1,11	15
		Siedeverlauf (K.)	bis 250° h. 10 %	15
		Flammpunkt (o. T.)	m. 100°	15
		Wasser	h. 1 %	15
		Sauré Öle	h. 10 %	15
		Satzfreiheit	15°	15
		Verhalten gegen Reinbenzol	Spuren unlösl. auf Wunsch mit Teererzeugnissen gefärbt	15
Naphthalinwaschöl	III C	Spez. Gewicht bei 20°	m. 1,10	15
		Siedeverlauf (Sondervorschrift)	bis 200° h. 2 % 200 bis 270° h. 8 %	15
			auf Wunsch mit 4 % Benzolzusatz	
Avenarin	III D	Spez. Gewicht bei 20°	m. 1,12	15
		Siedeverlauf (K.)	bis 270° h. 0,5 % bis 300° h. 1,5 %	15
		Satzfreiheit	bei gewöhnl. Temperatur	15

GE
1

Sondererzeugnisse

Bezeichnung	Typ	Prüfung auf	Geforderte Eigenschaften	Untersuchungsanweisung s. Blatt
Masten-Karbolineum (der Vereinigung der Elektrizitätswerke)		entspricht dem Karbolineum Typ III B der V. f. T.		
Anstrich-Karbolineum (der Deutschen Reichspost)		Spez. Gewicht bei 20° Siedeverlauf (G.)	m. 1,10 bis 150° h. Spuren bis 250° h. 4%	15 15
		Flammpunkt (o. T.) Säure Öle Satzfreiheit Benzolunlösliches Tupfprobe Viskosität bei 20°	m. 125° h. 8% 20° Spuren Spuren m. 6° E	15 15 15 15 15 15
			Das Karbolineum muß frei von Natriumhydroxyd (in jeder Form) sein	

Verkaufsvereinigung für Teererzeugnisse
Essen

Öle IV
Beschaffheitsvorschriften
1932

6

**Öle IV
Teerfettöle**

Bezeichnung	Typ	Prüfung auf	Geforderte Eigenschaften	Untersuchungsanweisung s. Blatt
Teerfettöl I	IV A	Viskosität bei 50° Wasser Satzfreiheit Verhalten gegen Mineralöl	1,2-1,6° E h. 1% 0° löslich	15 15 15 15
Teerfettöl II	IV B	Flammpunkt (o. T.) Viskosität bei 50° Stockpunkt Wasser Satzfreiheit Verhalten gegen Mineralöl	m. 110° 1,8-2,2° E h. -10° h. 1% 0° löslich	15 15 15 15 15 15
Teerfettöl II TGK	IV C	Flammpunkt (o. T.) Viskosität bei 50° Stockpunkt Wasser Satzfreiheit Verhalten gegen Mineralöl	m. 110° 1,8-2,2° E h. -10° h. 1% -7°/24h löslich	15 15 15 15 15 15
Eisenbahn- Teerfettöl	IV D	Flammpunkt (o. T.) Viskosität bei 50° Stockpunkt Wasser Satzfreiheit Verhalten gegen Mineralöl	m. 110° m. 2° E h. -10° h. 1% 0°/2h löslich	15 15 15 15 15 15
Teerfettöl III	IV E	Flammpunkt (o. T.) Viskosität bei 50° Stockpunkt Wasser Satzfreiheit Verhalten gegen Mineralöl	m. 120° 2,75-3,25° E h. -5° h. 1% 0° löslich	15 15 15 15 15 15

W. Girardat, Essen

Naphthalin
Beschaffenhel-
vorschriften
1932

Verkaufsvereinigung für Teererzeugnisse
Essen

7

NAPHTHALIN

Bezeichnung	Typ	Prüfung auf	Geforderte Eigenschaften	Unter- suchungs- anweisung s. Blatt
Teerfettöl IV	IV F	Flammpunkt (o. T.)	m. 150°	15
		Viskosität bei 50°	3,2 - 3,5° E	15
		Stockpunkt	nicht über - 10°	15
		Wasser	h. 1%	15
		Saure Öle	h. 3%	15
		Asche	h. 0,1%	15
Öl-Ess	IV G	Satzfreiheit	8°	15
		Verhalten gegen Mineralöl	löslich	15
		Flammpunkt (o. T.)	m. 135°	15
		Viskosität bei 50°	3,8 - 4,2° E	15
		Stockpunkt	h. - 10°	15
		Wasser	h. 1%	15
Gasometeröl	IV H	Spez. Gewicht bei 20° Siedebeginn*) (K.)	höher als 1,11 nicht unter 2,30 250°	15 15
		Viskosität bei 50°	2,0 - 2,5° E	15
		Stockpunkt	- 24° (Toleranz 1° nach oben)	15
		Wasser	h. 1%	15
		Kohlenstoff, Staub, Naphthalin	frei	
		Fließbarkeit	nach 2. Stund. Abkühlung auf - 20° darf die Fließbar- keit durch Ausscheidung nicht wesent- lich beein- trächtigt sein reines Steinkohlen- teeröl	

*) Als Siedebeginn gilt die Temperatur, bei welcher der erste Tropfen in die Vorlage fällt.

Bezeichnung	Typ	Prüfung auf	Geforderte Eigenschaften	Unter- suchungs- anweisung s. Blatt
Reinnaphthalin	A	Erstarrungspunkt	m. 79,6° oder nach bes. Vereinbarung	18
Motorennaphthalin	B	Farbe	weiß	18
		Verhalten gegen H ₂ SO ₄	h. rosa	18
Rohnaphthalin-Warmpreßgut	C 1	Erstarrungspunkt	m. 79°	18
		Äußere Beschaffenheit	Brikettform oder Stücke	
		Wasser	h. 1%	18
		Xylolunlösliches	h. 0,03%	18
		Äußere Beschaffenheit	Kuchen oder gebrochen	
		Wasser	h. 1%	18
Rohnaphthalin-Warmpreßgut, Amerikatyp	C 2	Erstarrungspunkt	78 - 78,5°	19
Rohnaphthalin-Kaltpreßgut, Amerikatyp	C 3	Wasser	h. 1%	18
		<i>Naphthalinrich.</i>	m. 90%	19
Rohnaphthalin-Schleudergut, Amerikatyp	C 4	Erstarrungspunkt	76 - 78°	19
		Wasser	h. 1%	18
Rohnaphthalin-Schleudergut, Amerikatyp	C 4	<i>Naphthalinrich.</i>	m. 90%	19
		Wasser	h. 1%	18
Rohnaphthalin-Schleudergut, Amerikatyp	C 4	<i>Naphthalinrich.</i>	m. 90%	19
		Wasser	h. 1%	18

W. Garndat, Essen

GE
1

Bezeichnung	Typ	Prüfung auf	Geforderte Eigenschaften	Untersuchungsanweisung s. Blatt
Rohnaphthalin	C 5	Erstarrungspunkt	m. 65°	18
		Wasser	h. 2%	18
Rohnaphthalin	C 6	Erstarrungspunkt	m. 60°	18
		Wasser	h. 2%	18
Rohnaphthalin	C 7	Erstarrungspunkt	m. 55°	18
		Siedeverlauf	bis 250° m. 90%	18
		Wasser	h. 3%	18
Ruß- und Feuerungs-naphthalin	D	Äußere Beschaffenheit	lose verladbar	
		Wasser	h. 4%	18
		Xylo-lösliches	h. 3%	18

Verkaufsvereinigung für Teerzeugnisse
Essen

Anthracen und Anthracenrückstände
Beschaffenhelmsvorschriften
1932

8

ANTHRACEN

Bezeichnung	Typ	Prüfung auf	Geforderte Eigenschaften	Untersuchungsanweisung s. Blatt
Gewöhnliches Anthracen	A	Reinanthracen	m. 40%	20
		Äußere Beschaffenheit	gemahlen	
Chlorarmes Anthracen	B	Reinanthracen	m. 40%	20
		Äußere Beschaffenheit Chlor	gemahlen h. 0,15%	20

ANTHRACENRÜCKSTÄNDE

Anthracen-rückstände	Äußere Beschaffenheit	lose verladbar	
	Wasser	h. 4%	21
	Xylo-lösliches	h. 2%	21
	Schmelzbarkeit	technisch voll-kommen-schmelzbar	

W. Grödel, Essen

9

PYRIDINBASEN
(niedrigsiedend)

Bezeichnung	Typ	Prüfung auf	Geforderte Eigenschaften	Untersuchungsanweisung s. Blatt
Reinpyridin	A 1	Siedeverlauf	112—115° m. 95 Vol-%	22
		Wasser	frei oder nach besonderer Vereinbarung	22
J.G.-Pyridin I	A 2	Siedeverlauf	100—125° m. 90 Vol-%	22
		Wasser	h. 3 Vol-%	22
J.G.-Pyridin II	A 3	Siedeverlauf	bis 140° mögl. 6 Vol-% bis 150° mind. 90 Vol-%	22
		Wasser	h. 3 Vol-%	22
Alter Test	A 4	Siedeverlauf	bis 140° mind. 90 Vol-%	22
		Wasser	h. 7,5 Vol-%	22
		Farbe	h. 2 cm ³ 1/10 n- Jodlösung in 1000 cm ³ destill. Wasser	22
Neuer Test	A 5	Mischbarkeit m. Wasser (30 cm ³ in 60 cm ³ destill. Wasser)	klare, h. schwach ge- trübte Lösung	22
		Titration mit 1 n — H ₂ SO ₄	m. 10 cm ³	22
		Verhalten gegen Cadmiumchlorid	m. 25 mg Ausschei- dungen	22
		Siedeverlauf	bis 140° m. 50 Vol-% bis 160° m. 90 Vol-%	22
		Wasser	h. 7,5 Vol-%	22

10

Sondererzeugnis
PECHKOKS

Bezeichnung	Typ	Prüfung auf	Geforderte Eigenschaften	Unter- suchungs- anweisung s. Blatt
		Farbe	schwach gelblich bis hellbraun	22
		Mischbarkeit mit Wasser (30 cm ³ in 60 cm ³ destill. Wasser)	klare, h. schwach getrübe Lösung	22
		Titration mit 1 n — H ₂ SO ₄	m. 9,5 cm ³	22
		Natriumsuperoxydprüfung	h. 2 cm ³ 1/10 n-Jodlösung in 1000 cm ³ destill. Wasser	22

Bezeichnung	Typ	Prüfung auf	Geforderte Eigenschaften	Unter- suchungs- anweisung s. Blatt
Pechkoks		Asche	h. 0,8% ⁶	24
		Flüchtige Bestandteile	h. 1% ^{9,8}	24
		Wasserlösliche Salze	h. 0,08%	24
		Wasser	h. 2%	24

PYRIDINBASEN
(hochsiedend)

B 1	Siedebeginn	über 160°	22
	Siedeverlauf	bis 190° m. 90 Vol-%	22
B 2	Siedebeginn	über 160°	22

Sondererzeugnis

Textilpyridin (Tetracarnit)	Siedeverlauf	bis 160° m. 97 Vol-%	23
	Wasser	h. 5 Vol-%	23
	Außere Beschaffenheit	farblos und klar	23
	Löslichkeit (5 cm ³ in 90 cm ³ destill. Wasser)	nach 5 Stdn. klar und ohne Flocken	23
	Verhalten gegen Permanganat	Farbreaktion m. 5 Minuten	23

GE
1

B. Untersuchungsvorschriften

GE
1

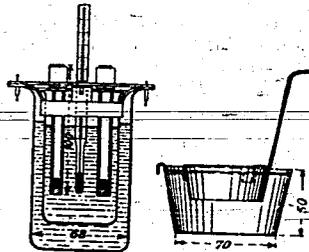
11

PECH

1. Erweichungspunkt

a) Verfahren der V. f. T.

In einem kleinen Blechgefäß mit ebenem Boden, das in einem Ölbad von ähnlicher Form hängt, schmelzt man bei ungefähr 150° soviel Pech, daß die Höhe der geschmolzenen Menge im Blechgefäß 7 mm beträgt. In diese taucht man das eine Ende eines etwa 10 cm langen, an beiden Enden ebengeschliffenen, offenen Glasröhrchens von 6 mm lichter Weite bis zum Boden ein, läßt es darin so lange stehen, bis das an



Schmelzpunktbestimmung nach
Kraemer-Sarnow.

dem kalten Röhrchen anfangs erstarrte Pech wieder geschmolzen ist, schließt beim Herausnehmen die obere Öffnung mit dem Finger und setzt das mit Pech gefüllte Ende des Röhrchens auf eine kalte Glasplatte. Nach dem Erkalten entfernt man das an der äußeren Wand des Röhrchens haftende Pech und hat jetzt im Innern eine Pechschicht, deren Höhe 5 mm betragen muß. Auf diese gibt man 5 g Quecksilber aus einem dafür bestimmten Meßgefäß und hängt das so beschickte Proberöhrchen in ein mit Wasser gefülltes Becherglas, das sich in einem zweiten weiteren mit Wasser der gleichen Temperatur gefüllten Becherglas befindet. Die Temperatur des Wassers soll etwa 20° unterhalb des erwarteten Erweichungspunktes liegen. In das innere Becherglas taucht man das Thermometer so ein, daß sein Quecksilbergefäß in gleicher Höhe mit der Pechschicht im Röhrchen liegt, und erhitzt derart, daß die Temperatur in der Minute um 1° steigt. Die Temperatur, bei der das Quecksilber die Pechschicht durchbricht, gilt als Erweichungspunkt des Pechs.

b) Verfahren des Kohlensyndikats

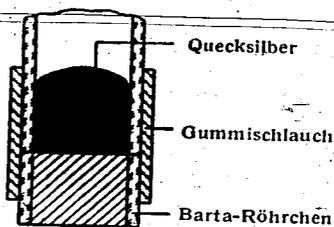
In einem kleinen Blechgefäß mit ebenem Boden, das in einem Ölbad von ähnlicher Form hängt, schmelzt man Pech und erhitzt auf ungefähr 150°. Die zur Bestimmung des Erweichungspunktes notwendige Pechschicht wird in einem Schmelzröhrchen von etwa 10 cm Länge, das an beiden Enden ebengeschliffen ist und 6 mm lichte Weite hat, in der Weise hergestellt, daß man dieses senkrecht einspannt und einen gut in das Röhrchen passenden, gerade abgeschliffenen Glasstab in dieses von

unten so weit einführt, bis er an einen oben aufgesetzten, mit übergreifendem Rande versehenen, 5 mm langen Metallstößel anstößt. Das geschmolzene Pech wird nun in den über dem Glasstab nach der Entfernung des Stößels entstehenden freien Raum vom Rande des Röhrchens aus eingegossen. Nach dem Erkalten entfernt man den Glasstab und schneidet das an der äußeren Wand des Röhrchens haftende sowie das überstehende Pech mit einem scharfen Messer ab. Die Weiterbehandlung des so vorbereiteten Röhrchens erfolgt wie unter a) beschrieben.

Prüffehler $\pm 1^\circ$

c) Verfahren nach DIN DVM 2139

Ein an beiden Enden abgeschliffenes Glasrohr von 6 mm lichter Weite und 5 mm Höhe (Barta-Röhrchen) wird auf eine Glasplatte gesetzt. In das so gebildete Gefäß wird die Masse eingedrückt oder in geschmolzenem Zustande eingegossen. Die Platte kommt mitsamt dem Rohr zum vollständigen, blasenfreien Zusammenschmelzen der Masse für kurze Zeit in einen Wärmeschrank. Man läßt dann erkalten und schneidet mit einem Messer die etwa überstehende



Kuppe der Masse ab. Das so vorbereitete, mit Masse gefüllte Rohr wird mit Hilfe eines kleinen Gummischlauches an ein gleich weites, 100 mm langes Rohr Glas an Glas angesetzt. In das Rohr gibt man 5 g Quecksilber und hängt das so beschickte Prüfrohr in ein mit Wasser gefülltes Becherglas, das sich in einem zweiten, weiteren, mit Wasser von gleicher Temperatur gefüllten Becherglas befindet. Die Temperatur soll etwa 20° unterhalb des erwarteten Erweichungspunktes liegen. In das innere Becherglas taucht man das Thermometer so ein, daß sein Quecksilbergeäß in gleicher Höhe mit der Schicht der Masse im Röhrchen liegt, und erhitzt mit mäßiger Flamme derart, daß die Temperatur in der Minute um 1° steigt. Die Temperatur, bei der das Quecksilber die Schicht der Masse durchbricht, gilt als Erweichungspunkt der Masse.

2. Freier Kohlenstoff

Man wiegt in einem flachen Porzellanschälchen von etwa 8 cm lichter Weite 1 g fein gepulvertes Pech ab, fügt 5 cm^3 Anilin hinzu und erwärmt das Ganze eine halbe Stunde auf siedendem Wasserbade. Die Mischung gießt man dann sofort auf einen porösen Tonteller von 65 mm Durchmesser. Nachdem das Anilin vollkommen eingezogen ist, wäscht man das im Schälchen Verbliebene mit 2 cm^3 Pyridin (Denaturierungsbasen-alter Test) sorgfältig nach und trocknet den

Tonteller nach dem Einziehen des Pyridins im Trockenschrank bei $120-150^\circ$. Der trockene Rückstand, sogenannter freier Kohlenstoff, wird mit einem Holzspatel vom Teller abgenommen und gewogen.

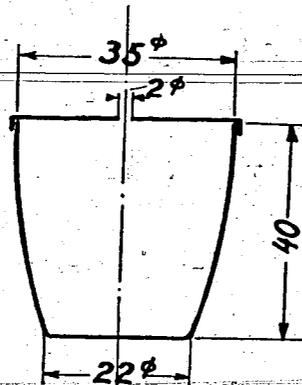
3. Verkokung

Nach DIN DVM 3725

Als Prüfgerät dient ein außen mattierter Platintiegel mit dicht schließendem, übergreifendem Deckel im Gesamtgewicht von $25 \pm 0,5 \text{ g}$, dessen Abmessungen den in der Abbildung angegebenen Zahlen entsprechen müssen.

Man wiegt 1 g fein gepulvertes Pech im Tiegel ab und setzt ihn auf ein Drahtdreieck.

Die Verkokung wird in der 18 cm hohen entleuchteten Flamme eines einfachen Bunsenbrenners (Brennerrohrweite 8 bis 10 mm) sofort mit voller Flamme vorgenommen, die genau unter die Tiegelmitte zu bringen



und durch einen Windschutz vor Zug zu schützen ist. (Oberer Heizwert des Gases 4000 bis 4500 kcal/m³.) Der Tiegelboden muß sich 6 cm über dem Brennerrand befinden. Der innere Flammenkegel darf den Tiegelboden nicht berühren, und die Flamme muß den Tiegel allseitig bis oben umspülen. Man hört mit dem Erhitzen auf, wenn sich über der Öffnung des Tiegeldeckels beim Nähern einer zweiten Flamme kein Flämmchen mehr zeigt, was schon nach wenigen Minuten der Fall sein soll. Dann läßt man den Tiegel im Exsikkator abkühlen und wiegt zurück. Der ermittelte Gewichtsverlust wird als Gehalt des Peches an flüchtigen Bestandteilen angegeben.

4. Asche

Nach DIN DVM 2137 und 2139

Man verascht 1 g im gewogenen Platin-, Porzellan- oder Quarztiegel, zuletzt unter Zuhilfenahme eines Gebläses, läßt den Tiegel im Exsikkator (DIN DENOG 44) abkühlen und wiegt.

PRÄPARIERTE TEERE

(außer Straßenteere)

1. Spezifisches Gewicht (Dichte)

Nach DIN DVM 3653

Das spezifische Gewicht wird mit der Spindel (Aräometer) bestimmt und soll für 20° angegeben werden. Die Umrechnung des bei anderer Temperatur gefundenen spezifischen Gewichts auf 20° erfolgt durch Ab- bzw. Zuzählen von 0,0007 für jeden Grad unter oder über der Normaltemperatur von 20°.

Die Spindeln sollen gleichzeitig als Thermometer ausgebildet sein. Der Durchmesser des Standzylinders für das zu prüfende Öl soll nicht unter 40 mm sein, damit die Spindel bei der Untersuchung nicht am Glase haftet.

Man bringt einen Standzylinder mit Inhalt und die Spindel in einen Raum, dessen Temperatur sich nicht stark ändert. Durch mehrmaliges Umrühren des Teeres im Standzylinder mit einem wirksamen Rührer (Durchmischen in senkrechter Richtung) wird der Ausgleich der Temperatur beschleunigt. Nachdem der Zylinderinhalt die Temperatur des Raumes angenommen hat, wird er noch einmal durchgerührt, dann läßt man die Spindel einsinken und liest nach einigen Minuten an der Spindelskala das spezifische Gewicht und an der Thermometerskala die Temperatur ab.

Das spezifische Gewicht wird bei undurchsichtigen Flüssigkeiten am oberen Wulstrand abgelesen. Wenn die Spindelskala die Aufschrift „Ablesung am oberen Wulstrand“ oder eine ähnliche trägt, so gibt die Ablesung ohne weiteres das gesuchte spezifische Gewicht. Wird eine Spindel ohne die Aufschrift „Ablesung am oberen Wulstrand“ in undurchsichtigen Flüssigkeiten gebraucht, so ist der am Stengel sich ausbildende Wulst von durchschnittlich 2 mm Höhe dadurch zu berücksichtigen, daß man der Ablesung soviel Skalenteile hinzuzählt, als 2 mm auf der Skala ausmachen.

Für technische Zwecke sind die spezifischen Gewichte auf drei Dezimalen anzugeben.

Toleranz + 0,005

2. Wasser

Nach DIN 1995/1996

200 g Teer werden nach Zusatz von 100 cm³ Xylol aus einem Metall- oder Glaskolben bis 180° destilliert. Das Destillat wird in einem zweckmäßig unten verjüngten Meßzylinder aufgefangen.

Nach DIN DVM 3656 hat sich die abgebildete Untersuchungs- vorrichtung bewährt. Sie besteht aus einem Kurzhals-Rundkolben mit aufgelegtem Rand (DENO 5), der mit einem dichten Stopfen, durch den man ein Glasrohr führt (siehe Abbildung), verschlossen ist. Das Glasrohr ist mit einem in 1/10 cm³ eingeteilten Meßgefäß fest verbunden und dieses mit seinem oberen Ende durch einen zweiten Stopfen an einen Liebigkühler R. 400 DENO 31 angeschlossen.

Das Teer-Xylol-Gemisch wird in dem Rundkolben langsam zum Sieden erhitzt. Zur Vermeidung eines Siedeverzuges sind einige trockene Tonscherben zuzufügen. Schäumt die Mischung beim Aufkochen stark, so werden zur Zerstörung des Schaumes 1–2 cm³ wasser- freies Öl hinzugesetzt. Die entweichenden Dämpfe werden in

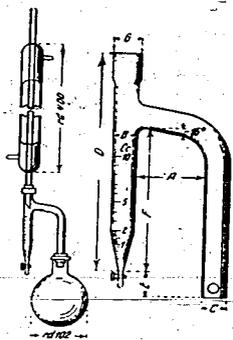


Abbildung 9.
Apparat zur Wasserbestimmung

A	=	45 bis 55 mm
B	=	14 .. 16 ..
C	=	12 .. 16 ..
D	=	150 .. 170 ..
E	=	25 .. 38 ..
F	=	100 .. 108 ..
G	=	18 .. 19 ..

dem Liebigkühler verflüssigt und fallen in das Meßgefäß. Fließt aus dem Liebigkühler kein sichtbares Wasser mehr ab (frühestens nach 15 Minuten langem Sieden), so stellt man die Flamme ab und läßt das Meßgefäß sich abkühlen. Bleiben Wassertropfen an den Wandungen des Meßgefäßes haften, so bringt man sie durch kurzes Erwärmen zum Abfließen. Die vom Xylol scharf getrennte Wassermenge wird unmittelbar in Gewichtsprozenten abgelesen, sobald das Meßgefäß Zimmertemperatur erreicht hat.

Stahlwerksteer mit höchstens 0,3% Wassergehalt darf beim Erhitzen in offener Schale bis 150° kein wesentliches Schäumen zeigen (ohne Umrühren).

3. Siedeanalyse

Nach DIN DVM 2137 und 2139

Die Untersuchungs- vorrichtung besteht aus einem kugelförmigen kupfernen Siedegefäß von 66 mm Durchmesser mit kleinem abgeflachten Boden, 150 cm³ Inhalt und 0,6 bis 0,7 mm Wanddicke (Bild 1). Zur Aufnahme des Siederohres (Bild 2) besitzt das Siedegefäß einen Stutzen von 25 mm Länge, 20 mm unterer und 22 mm oberer lichter Weite. Das mit einem Korken darin befestigte gläserne Siederohr von 14 mm lichter Weite und 150 mm Länge ist in der Mitte zur Kugel erweitert

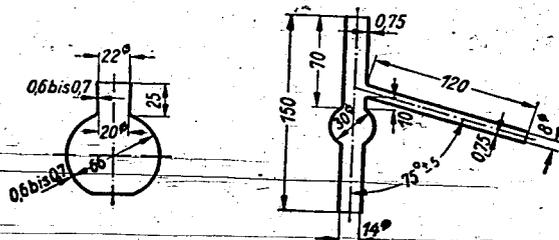


Bild 1

Bild 2

Ein Ansatzrohr von 8 mm lichter Weite und 120 mm Länge ist 10 mm über der Kugel unter einem Winkel von 70 bis 80° angeschmolzen. Das Quecksilbergefäß des im Siederohr untergebrachten Thermometers, das aus möglichst dünnwandigem Glas bestehen und nicht mehr als den halben Durchmesser des Siederohres haben soll, muß sich in der Mitte der Kugel befinden. Das Siedegefäß steht auf einer Asbestplatte mit kreisförmigem Ausschnitt von 50 mm Durchmesser auf einem Ofen, dessen Mantel 10 mm vom oberen Rand mit vier runden Öffnungen zum Austritt der Verbrennungsgase versehen ist. Es wird durch einen einfachen Bunsenbrenner von 7 mm Rohrweite mit blaubrennender Flamme erhitzt. Als Kühlrohr dient ein Glasrohr von 20 mm lichter Weite und 800 mm Länge, das so geneigt ist, daß sich der Ausfluß 100 mm tiefer als der Eingang befindet.

100-g-Teer werden in dieser Vorrichtung so destilliert, daß in der Sekunde 2 Tropfen fallen. Das bis zu den jeweils vorgeschriebenen Siedegrenzen übergehende Destillat wird in einer entsprechenden Vorlage aufgefangen und gewogen.

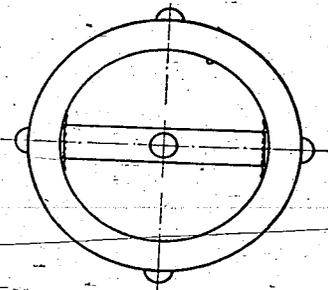
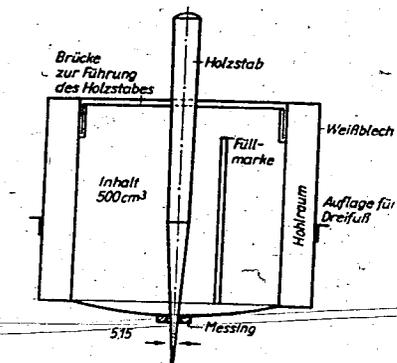
4. Naphthalin

Nach DIN DVM 2137 und 2139

Das bei der Siedeanalyse bis 250° erhaltene Destillat wird nach dem Erkalten 1/2 Stunde lang in Eiswasser gestellt. Man trennt dann das ausgeschiedene Naphthalin mit der Saugpumpe schnell vom Öl und befreit es durch Aufstreichen auf einen porösen Tonteller von 150 mm Durchmesser vom Rest des Öles. Nach 2 Stunden wird das Naphthalin mit einem Spatel abgenommen und gewogen.

GE
1

5. Viskosität
(Rütgers-Viskosimeter)
Nach DIN DVM 2137



Das Gefäß wird mit Teer von 53 bis 54° bis zu einer Marke aufgefüllt, die in solcher Höhe angebracht ist, daß die Füllung rund 475 cm³ beträgt. Darauf wird solange kräftig umgerührt, bis die Untersuchungstemperatur von 50° erreicht ist. Wichtig ist, daß die Temperatur in der gesamten Teerfüllung genau 50° beträgt. Deshalb wird zweckmäßig ein Thermometer verwendet, das bis zum Boden des Apparates in den Teer eingesetzt werden kann, ohne daß dadurch die Zahl 50 unter die Teeroberfläche kommt.

Durch Herausziehen des Holzstabes werden 300 cm³ des Teeres in das Maßgefäß abgelassen. Die Zeit, die diese 300 cm³ zum Auslaufen benötigen, gibt, in Sekunden gemessen, das Maß der Viskosität.

Verkaufsvereinigung für Teerzeugnisse
Essen

Straßenteere
Untersuchungs-
vorschriften
1932

13

STRASSENTEERE

a) Reiner Straßenteer

1. Äußere Beschaffenheit

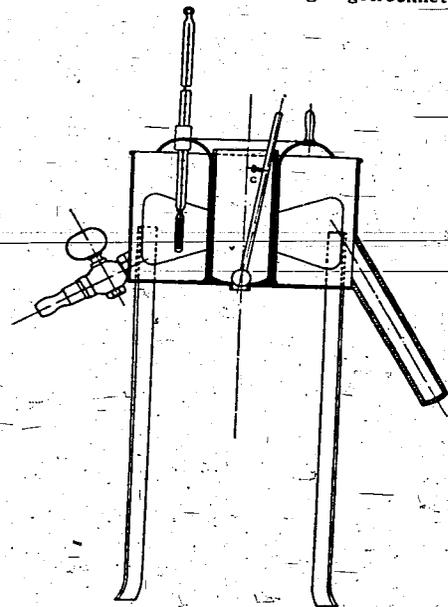
Anzugeben ist, ob der Teer glatt und glänzend und völlig gleichmäßig ist oder rauh, matt, körnig und ungleichmäßig; ob flüssig, weich, knetbar oder fest und spröde bei Zimmertemperatur von 15 bis 20°; ob Geruch vorhanden ist und welcher Art dieser Geruch ist.

Schaumprobe

Es werden benötigt: 1 Becherglas, 400 cm³ (Höhe rd. 130, Durchmesser rd. 70 mm), 1 Thermometer 0—150°, 1 Dreifuß 20 cm Höhe, 1 Drahtnetz mit Asbesteinsatz und 1 gewöhnlicher Bunsenbrenner.
In das Becherglas werden 200 g Teer eingefüllt, die eine Höhe von etwa 5 cm darin erreichen. Die Höhe der eingefüllten Teermenge wird mit einem Fettstift außen am Glase angezeichnet. Das Thermometer hängt frei im Teer, und die Quecksilberkugel des Thermometers befindet sich in der Mitte des Teeres. Die Temperatursteigerung beim Erhitzen wird so geregelt, daß der Anstieg ab 45° etwa 15° je Minute beträgt. Ist die Endtemperatur von 120° erreicht, so wird die erreichte Volumenhöhe des Teeres am Becherglas angezeichnet.
Diese festgestellte Ausdehnung des Teeres soll nicht mehr als 30 v.H. von der bei 45° festgestellten Volumenhöhe des Teeres betragen.

2. Viskosität

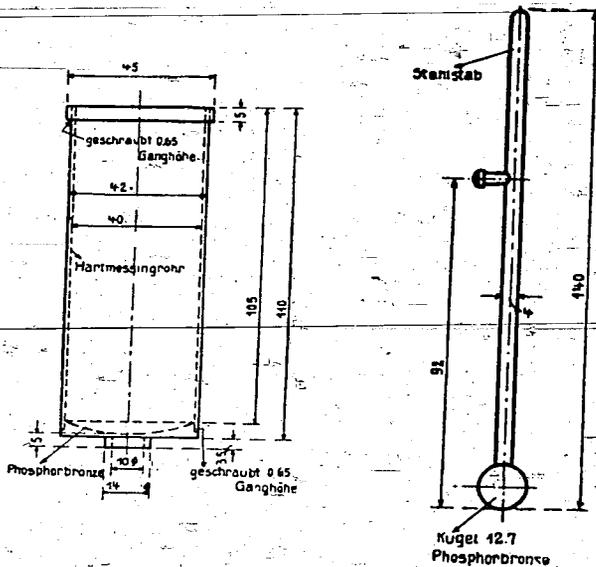
Die Bestimmung wird im Straßenteer-Konsistometer vorgenommen. Das Aufnahmegefäß für den Teer wird zunächst mit einem geeigneten Lösungsmittel gereinigt und dann gut getrocknet.



Der Teer wird auf ungefähr 30 bzw. 40° erwärmt und in das Gefäß gefüllt, bis der Nivellieransatz an dem senkrecht gehaltenen Verschlussstab eintaucht. Das Gefäß wird nun in das innere Mantelrohr des Wasserbades gehängt. Die Temperatur des Wassers im Wasserbade muß vorher auf 30° bzw. 40° ± 0,1° eingestellt werden und wird nun auf dieser Höhe gehalten. Man läßt den Apparat 30 Minuten stehen oder solange, bis die Temperatur des Teeres nach Angabe eines in den Teer eingetauchten Thermometers genau 30° beträgt. Von Zeit zu Zeit ist gut durchzurühren, damit man die Gewißheit hat, daß der Teer eine gleichmäßige Temperatur aufweist. Dann entfernt man das Thermometer und beseitigt einen etwaigen Überschuß an Teer, sodaß schließlich die Oberfläche des Teeres bei senkrechter Stellung des Verschlussstabes in der Mittellinie des Nivellieransatzes steht.

Ein 100 cm³ Meßzylinder, in den 20 cm³ Mineralöl eingefüllt sind, wird unter die Ausflußöffnung des Gefäßes gestellt. Dann wird der Verschlussstab gehoben und mit dem Nivellieransatz an den Rand des Gefäßes gehängt. Man setzt eine Stoppuhr in Gang, sobald der Flüssigkeitsspiegel im Zylinder die 25-cm³-Marke erreicht hat, und hält die Uhr an, wenn er die 75-cm³-Marke berührt. Die Ausflußzeit dieser 50 cm³ in Sekunden wird als die Viskosität des Teeres bei der Beobachtungstemperatur angegeben.

Das Einfließenlassen von 5 cm³ Teer vor der Messung, d. h. vor dem Ingangsetzen der Stoppuhr, hat den Zweck, die Ausflußdüse mit Teer zu benetzen.



3. Destillation

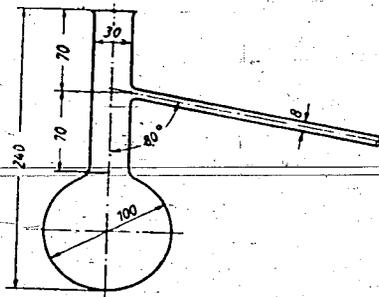
(Wasser, Destillate und Pechrückstand)

In einem gläsernen Fraktionskolben von 500 cm³ Inhalt, dessen Ausmaße der Abbildung entsprechen müssen, werden 250 bis 300 g Straßenteer abgewogen.

Der Kolben ist mit einem geeichten Thermometer, dessen Temperaturskala bis mindestens 360° reicht, ausgestattet. Das obere Ende der Thermometerkugel muß sich in Höhe des unteren Randes des seitlichen Ansatzrohres befinden. Als Kühlrohr dient ein Glasrohr von Auslauf 100 mm tiefer liegt als der Eingang.

Die Destillation ist so zu leiten, daß in der Sekunde 2 Tropfen übergehen. Die einzelnen Fraktionen werden getrennt aufgefangen und gewogen. Der Wechsel der Vorlage erfolgt bei den vorgeschriebenen Temperaturgraden ohne Unterbrechung der Destillation.

Die Destillation wird so weit durchgeführt, daß ein Pechrückstand mit dem Erweichungspunkt zwischen 60 und 75° nach K.-S. erhalten wird. Der zwischen 60 und 75° gefundene Erweichungspunkt ist auf



67° in der Weise umzurechnen, daß für je 1¹/₃°, um die der gefundene Erweichungspunkt über oder unter 67° liegt, 1 v. H. des ermittelten Pechgehaltes zu- bzw. abzuziehen ist.

Der gefundene Anthracenölgehalt wird um den gleichen Betrag erniedrigt bzw. erhöht.

Für die gesamte Destillation gilt daher das Schema:

Wasser	v. H.
Leichtöl (bis 170°)	" "
Mittelöl (170 bis 270°)	" "
Schweröl (270 bis 300°)	" "
Anthracenöl, umgerechnet	" "
Pechrückstand, umgerechnet auf EP 67°	" "
Destillationsverlust	" "
	100 v. H.

4. Wasser

Läßt das Ergebnis der Destillation erwarten, daß der vorgeschriebene Wassergehalt überschritten wird, so ist eine genaue Wasserbestimmung folgendermaßen vorzunehmen:

200 g Straßenteer werden unter Zusatz von 100 cm³ Xylol aus einem Metall- oder Glaskolben bis 180° destilliert. Das Destillat wird in einem — zweckmäßig unten verjüngten — Meßzylinder aufgefangen.

5. Erweichungspunkt des Peches nach Krämer-Sarnow

In einem kleinen Blechgefäß mit ebenem Boden, das in einem Ölbad von ähnlicher Form hängt, schmelzt man bei ungefähr 150° soviel von dem zu untersuchenden Pech, daß die Höhe der geschmolzenen

Menge im Blechgefäß 7 mm beträgt. In diese taucht man das Ende eines etwa 10 cm langen, an beiden Enden eben geschliffenen, offenen Glasröhrchens von 6 mm lichter Weite bis zum Boden ein, läßt es darin solange stehen, bis das an dem kalten Röhrchen anfangs erstarrte Pech wieder geschmolzen ist, schließt beim Herausnehmen die obere Öffnung mit dem Finger und setzt das mit Pech gefüllte Ende des Röhrchens auf eine kalte Glasplatte. Nach dem Erkalten entfernt man das an der äußeren Wand des Röhrchens haftende Pech und hat jetzt im Innern eine Pechschicht, deren Höhe 5 mm betragen muß.

Die Beschickung des Glasröhrchens mit genau 5 mm Pech kann auch mit Hilfe von Bartaröhrchen geschehen. Ein an beiden Seiten abgeschliffenes Glasröhrchen von 6 mm lichter Weite und 5 mm Höhe wird auf eine Glasplatte gesetzt und das durch schwaches und vorsichtiges Erwärmen erweichte Pech so eingegossen oder eingedrückt, daß es ein wenig herausragt. Die Platte kommt mitsamt dem Röhrchen in einen Wärmeschrank, wo man das Pech zusammenschmelzen läßt. Man läßt nun erkalten und schneidet mit einem angewärmten Messer die etwa überstehende Kuppe ab. Das so vorbereitete gefüllte Röhrchen wird mit Hilfe eines Gummischlauchs an ein gleich weites 10 cm langes Röhrchen Glas an Glas angesetzt.

In das so mit Pech beschickte Glasrohr gibt man 5 g Quecksilber aus einer Flasche mit einem Hahnküken, dessen Ausbohrung genau 5 g Quecksilber faßt, und hängt dann das Proberöhr in ein mit Wasser von 40° gefülltes Becherglas, das sich in einem zweiten weiteren mit Wasser der gleichen Temperatur gefüllten Becherglas befindet. In das innere Becherglas taucht man das Thermometer so ein, daß sein Quecksilbergefaß in gleicher Höhe mit der Pechschicht im Röhrchen liegt, und erhitzt mit mäßiger Flamme derart, daß die Temperatur in der Minute um 1° steigt. Die Temperatur, bei der das Quecksilber die Pechschicht durchbricht, gilt als Erweichungspunkt des Peches. Schiedsanalysen erfolgen mit Bartaröhrchen.

6. Phenole

In einen Schüttelzylinder von 50 cm³ Inhalt mit 1/4 cm³ Einteilung werden genau 25 cm³ einer auf 50° vorgewärmten 10%igen Natronlauge gegeben und bis auf 50 cm³ mit dem ebenfalls auf 50° vorgewärmten Mittelöl (Fraktion 170 bis 270°) aufgefüllt. Dann wird 5 Minuten kräftig durchgeschüttelt und im Wärmeschrank bei 50° stehen gelassen, bis die Schichten sich klar getrennt haben, worauf die Menge der Phenolnatronlauge nach dem Abkühlen abgelesen wird. Die Berechnung des Phenolgehaltes des Teeres in Volumen-Prozenten geschieht unter Berücksichtigung des spez. Gewichtes des Teeres und der für die Bestimmung angewendeten Mittelölmenge. Sind 25 cm³ nicht vorhanden, so muß die Phenolbestimmung mit der vorhandenen kleineren Mittelölmenge durchgeführt werden.

7. Naphthalin

Zur Bestimmung des Naphthalins wird die Fraktion zwischen 170 bis 270° (Mittelöl) nach der Abscheidung der Phenole gewogen, genügend erwärmt, damit sich das ganze darin enthaltene Naphthalin auflöst, und gut geschüttelt. Man läßt auf 15° abkühlen und hält eine halbe Stunde lang auf dieser Temperatur. Das abgeschiedene Naphthalin wird dann durch eine Nutsche, die auf 15° abgekühlt ist, abgesaugt und auf einen porösen Tonteller aufgestrichen. Nachdem alles Öl vom Ton aufgenommen ist, wird das Naphthalin gewogen und sein Prozentgehalt aus dem Gewicht der angewandten Teermenge unter Berücksichtigung der angewandten Teilmenge des Mittelöles errechnet.

8. Rohanthracen

Die Anthracenölfraction wird auf 15° abgekühlt und eine halbe Stunde bei dieser Temperatur gehalten. Das abgeschiedene Kristallsat wird mit einer auf 15° gekühlten Nutsche abgesaugt und auf einen Tonteller mit einem Spatel aufgepreßt, bis die Kristalle vollkommen trocken sind. Der Rückstand wird gewogen und in Prozenten auf die angewandte Teermenge berechnet.

9. Freier Kohlenstoff

2 g Straßenteer werden mit 50 cm³ kaltem Kristallbenzol in einem Erlenmeyerkolben gemischt. Nachdem sich der freie Kohlenstoff abgeschieden hat, wird das Benzol vorsichtig über ein gewogenes Filter (Filter Schleicher & Schüll, Nr. 597, 12 1/2 cm Durchmesser) abgesehen. Der freie Kohlenstoff wird dann durch mehrmaliges Abgießen gewaschen, auf das Filter gebracht und mit 500 cm³ Kristallbenzol heiß ausgewaschen. Die gesamte Menge des für die Gewinnung des freien Kohlenstoffs benutzten Benzols soll mindestens 600 cm³ betragen. Das Filter mit dem darauf befindlichen Niederschlag wird bei 110° getrocknet und gewogen.

10. Spezifisches Gewicht bei 25°

Für die Bestimmung wird die Spindel (Aräometer) oder das Pyknometer benutzt. Der Umrechnungsfaktor auf 25° beträgt für jeden Grad 0,0007.

b) Straßenteer mit Asphaltbitumen

11. Bestimmung des Gehaltes an Asphaltbitumen in Straßenteer-Asphaltbitumen-Gemischen

3 bis 4 g Straßenteer werden quantitativ in einem Erlenmeyerkolben abgewogen und mit etwa der zehnfachen Gewichtsmenge Chloroform oder Schwefelkohlenstoff eine Viertelstunde lang am Rückflußkühler gekocht. Man filtriert vom freien Kohlenstoff ab und wäscht das Filter mit Chloroform oder Schwefelkohlenstoff bis zum praktisch farblosen Ablauf aus. Das Lösungsmittel wird abdestilliert; die letzten Reste werden durch Ausrühren auf dem Wasserbade entfernt. Der Rückstand wird in demselben Erlenmeyerkolben mit 6 bis 8 cm³ konz. Schwefelsäure (doppelte Volumenmenge der Teereinwaage) 1/4 Stunden lang im kochenden Wasserbad unter ständigem, innigem Umrühren mit einem Glasstab sulfoniert. Nach Beendigung der Sulfonierung läßt man erkalten und spült die Masse mit Wasser in ein dickwandiges Becherglas. Die gebildeten Klumpen werden zerdrückt; das Sulfonierungsgemisch wird mit 500 cm³ Wasser verdünnt. Nach Verlaufe von mindestens 2 Stunden wird durch ein gewogenes, einfaches Filter dekantiert, mit heißem Wasser unter Zerdrücken etwaiger Klumpen ausgewaschen, bis das Filtrat nicht mehr sauer reagiert. Der Rückstand wird bei 110° getrocknet und gewogen.

Die so gefundene Asphaltbitumenmenge entspricht dem Gehalt des Teeres an Asphaltbitumen. Fehlergrenze in den Prozentzahlen, bezogen auf den Solbitumenzusatz nach unten - 2, nach oben + 5.

Um die tatsächliche Beimengung an Asphaltbitumen genau festzustellen, muß aus den Ausgangsstoffen (Straßenteer und Asphaltbitumen) eine entsprechende Mischung im Laboratorium hergestellt und nach dem beschriebenen Verfahren analysiert werden. Es läßt sich dann der Faktor bestimmen, der bei der Verwendung dieses Asphaltbitumens den jeweilig gefundenen Werten zugezählt oder von ihnen abgezogen werden muß.

Im Untersuchungsbericht sind die einzelnen Anteile (Leichtöl usw.) auch umgerechnet auf die Teersubstanz anzugeben.

GE
1

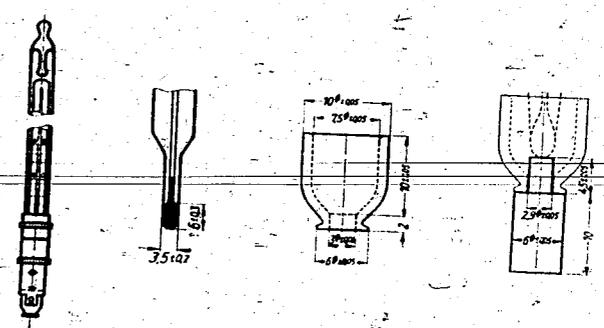
14

SONDERVORSCHRIFTEN FÜR STRASSENTEERE

Nach DIN DVM 3654 und 1995

1. Tropfpunkt

Der Tropfpunkt wird in dem Prüfgerät von Ubbelohde mit Kupfernippel bestimmt. Die in den Abbildungen angegebenen Maße müssen eingehalten sein.



Besonders zu prüfen ist, ob sich die Quecksilberkuppe des Prüfthermometers, die nach dem Einschleiben des Kupfernippels in die Gewindehülse in den Kupfernippel hineinragt, in der vorgeschriebenen Entfernung von der Austrittsöffnung des Nippels befindet. Diese Entfernung soll 2,5 mm betragen. Da der zylindrische Ausflußansatz des Nippels selbst 2 mm lang ist, kann die vorschriftsmäßige Entfernung durch Einführen eines Metallstößels von 4,5 mm Länge und durch Vor- oder Zurückdrehen der Gewindehülse eingestellt bzw. nachgeprüft werden. Dies ist nötig, da bei den Abmessungen des Thermometers eine Toleranz von $\pm 0,6$ mm zugelassen ist.

Die Bestimmung wird stets doppelt ausgeführt. Man stellt den Kupfernippel auf eine Glasplatte, füllt die Substanz in den Nippel ein, nachdem man sie auf die nötige Weichheit gebracht hat, läßt etwas erkalten und schiebt ihn parallel seiner Achse in die Metallhülse des Tropfpunkt-Thermometers bis zum Anschlag ein. Die unten aus dem Kupfernippel hervorquellende Substanz wird abgestrichen. Bevor der eigentliche Versuch mit dem Erhitzen beginnt, muß der Inhalt soweit erkaltet sein, daß das Tropfpunkt-Thermometer mindestens Zimmertemperatur anzeigt. Das Thermometer mit dem Kupfernippel wird dann durch einen in der Mitte durchbohrten und an der Seite mit einer Einkerbung versehenen Stopfen in der Mitte eines Reagensglases 40 DENOG 30, das als Luftbad dient, befestigt. Das Reagensglas wird bis zu $\frac{2}{3}$ seiner Länge senkrecht in ein hohes Becherglas 1000 DENOG 1 aus Jenaer Glas gehängt, das mit einer Heizflüssigkeit (weißes Vaselineöl mit Flammpunkt über 200°) gefüllt ist. Dann wird der Apparat so erwärmt, daß von etwa 10° unter dem vermuteten Fließpunkt ab die Temperatur um 1° in der Minute steigt. Man beobachtet die Temperatur, bei der die Substanz in einer deutlich halb-

kugeligen Kuppe aus dem Nippel hervortritt — Fließpunkt — und weiter die Temperatur, bei der der erste Tropfen vom Nippel abfällt — Tropfpunkt.

Prüffehler: $\pm 1^\circ$

Toleranz: $- 5^\circ$

2. Erstarrungspunkt

Nach DIN 1995 (Jahr 1928)

Man taucht die Kugel eines Thermometers in den durch Erwärmen vorher flüssig gemachten Teer und hebt sie sogleich wieder heraus. Die Thermometerkugel bedeckt sich mit einer dünnen Teerschicht, die etwa 1–1,5 mm stark sein soll. Das so vorbereitete Thermometer läßt man auf Zimmertemperatur abkühlen, befestigt es mit Hilfe eines Korkes in einem Luftbade (weites Reagensglas), so daß die Thermometerkugel freihängt, und kühlt dann weiter je nach Bedarf mit Wasser, mit Äther, durch den man Luft saugt, mit Kältemischung oder mit Alkohol, den man durch flüssige Luft oder feste Kohlensäure für alle Fälle tief genug abkühlen kann. Als Erstarrungspunkt wird der Temperaturgrad angesehen, bei dem es nicht mehr möglich ist, mit dem Fingernagel die Teerschicht auf dem Thermometer zu ritzen oder Eindrücke zu erzielen. Meist wird dies dadurch kenntlich, daß die dünne Teerschicht unter der Kraffteinwirkung vom Thermometer abplatzt.

3. Viskosität E. P. C.

(für Straßenteer Frankreich)

Verwendet wird der von der Ecole des Ponts et Chaussées vorgeschriebene Apparat (Konsistometer E.P.C.).

Ein Metallgefäß (lichte Weite etwa 10 cm, Höhe etwa 22 cm) wird fast bis zum Rande mit Teer gefüllt. Nachdem man den Gefäßinhalt einheitlich auf die Temperatur von 18° gebracht hat, läßt man das Konsistometer in den Teer einsinken. Die Zeit, welche verstreicht, bis der Apparat von der unteren Marke bis zur oberen einsinkt, wird mit der Stoppuhr festgestellt und als Viskosität E.P.C. in Sekunden angegeben.

ÖLE

1. Spezifisches Gewicht (Dichte)

Das spezifische Gewicht wird mit der Spindel (Aräometer) bestimmt und soll für 20° angegeben werden. Die Umrechnung des bei anderer Temperatur gefundenen spezifischen Gewichts erfolgt durch Ab- bzw. Zuzählen von 0,0008 für jeden Grad unter oder über der Temperatur von 20° . Satzhaltige Öle sind vor der Bestimmung durch Erwärmen zu verflüssigen.

Ausführungsvorschrift s. Blatt 12.

2. Siedeanalyse

a) in der Glasretorte

Eine tubulierte gläserne Retorte von etwa 300 cm³ Inhalt, die mit einem in ganze Grade geteilten, von 0 bis 360° reichenden Thermometer versehen ist, wird mit einem stumpfwinklig gebogenen Vorstoß verbunden und an einem Stativ über einem Drahtnetz befestigt. Die Retorte wird mit 100 cm³ Öl beschickt. Das Quecksilbergefaß des Thermometers muß sich mit seinem unteren Rande 2 cm über dem Flüssigkeitsspiegel befinden.

Zur Heizung dient ein Bunsenbrenner, der so zu regulieren ist, daß in der Sekunde zwei Tropfen fallen. Das Destillat wird in dem zur Einfüllung benutzten Zylinder aufgefangen und in Volumenprozenten jeweils bei erreichter Beobachtungstemperatur ohne Unterbrechung der Destillation abgelesen.

b) in der Kupferblase

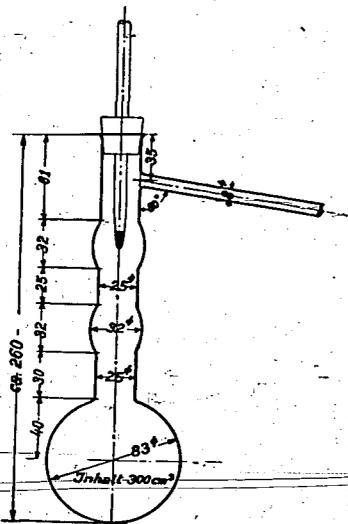
Beschreibung der Untersuchungsvorrichtung s. Blatt 12.

100 cm³ Öl werden in einem Meßzylinder abgemessen und möglichst bis zum letzten Tropfen eingefüllt. Die Destillation ist so zu leiten, daß in der Sekunde zwei Tropfen fallen. Das Destillat wird in dem zur Einfüllung benutzten Zylinder aufgefangen und in Volumenprozenten jeweils bei erreichter Beobachtungstemperatur ohne Unterbrechung der Destillation abgelesen.

c) Sondervorschrift für Naphthalinwaschöl

1. ohne Benzol

Die Prüfvorrichtung besteht aus einer Kochflasche von 300 cm³ Inhalt mit angeschmolzenem Zweikugelaufsatz (Röperkolben), deren Maße den Angaben der Abbildung entsprechen müssen. Als Kühler dient ein Liebigkühler von 300 mm Mantellänge. Es werden 100 cm³ Öl derart destilliert, daß in der Sekunde etwa 1 Tropfen übergeht. Die Destillation muß vom Anfang bis 270° ohne Unterbrechung



durchgeführt werden. Bei 200° ist die Vorlage zu wechseln. Die Fraktion bis 200° soll nicht mehr als 2 Vol.-%, die zwischen 200 und 270° übergehende Fraktion höchstens 8 Vol.-% betragen. Beide Fraktionen gemischt dürfen bei einstündiger Abkühlung auf 0° kein festes Naphthalin auscheiden.

2. mit 4% Benzol

Bei der Untersuchung wird zur gleichzeitigen quantitativen Bestimmung des Benzolgehaltes das Destillat in drei Fraktionen aufgefangen. Mit der ersten Fraktion bis 120° geht das Benzol über.

Das Naphthalinwäschöl enthält 4% Benzol, wenn bei langsamer Destillation vom Anfang bis 120° mindestens 3,4 Vol.-% übergangen.

Nach Abnahme der ersten Fraktion wird wie unter 1 verfahren.

3. Flammpunkt

a) Bestimmung im offenen Tiegel
Nach DIN DVM 3661

Als Prüfgerät dient das genormte Flammpunktgerät Bauart DVM, das verwendete Thermometer soll die Aufschrift „Thermometer für Flammpunktgerät Marcussen-DVM“ tragen. Bei diesem ist keine Berichtigung für den herausragenden Faden anzubringen.

Die Messungen müssen an einem zugfreien Ort bei stark gedämpftem Licht ausgeführt werden.

Flüssigkeiten mit einem Flammpunkt unter 250° sind in den Tiegel bis zur oberen Strichmarke einzufüllen. Das Sandbad ist zunächst etwa 12 mm hoch mit trockenem, durch ein Sieb von 0,49 mm lichter Maschenweite (Prüfsiebewebe Nr. 12 DIN 1171) gesiebt Sand zu füllen, dann ist der Tiegel mit drehenden Bewegungen soweit in den Sand einzudrücken, bis er auf der Spinne aufsitzt. Darauf wird der Sand bis zur Höhe des Ölspiegels nachgefüllt und das Sandbad mit der beigegebenen Asbestscheibe bedeckt. Zum Schluß wird das Gerät mit Hilfe einer Wasserwaage so ausgerichtet, daß der Tiegel waagrecht steht.

Vor dem Einfüllen des Öles überzeuge man sich bei leer eingesetztem Tiegel davon, daß die Quecksilberkugel des Thermometers mindestens 2 mm von der Tiegelwand entfernt ist. Ist der Tiegel mit Öl gefüllt, eingesetzt und ausgerichtet, so wird das Thermometer in den Halter gesteckt und leicht auf den Boden des Tiegels aufgesetzt. Dann hebe man es um 2 mm in die Höhe und schraube es fest.

Mit der am Zündrohr angebrachten Stellschraube wird die Länge der Zündflamme so geregelt, daß die Spitze des scharf ausgeprägten leuchtenden Randes der Flamme (nicht des verschwommenen Flammensaumes) genau in der Verbindungslinie der unteren Gabelenden aufhört,

wenn diese bis in die Nähe des Schirmes geneigt sind. Die Länge der Flamme beträgt dann etwa 7 mm. Damit die Zündflamme durch Änderungen an der Einstellung des Bunsenbrenners während der Messung nicht in Mitleidenschaft gezogen wird, ist es notwendig, sie an einen eigenen Hahn der Gasleitung anzuschließen. Sie darf nicht mit einem T-Stück an die Zuleitung des Bunsenbrenners gelegt werden.

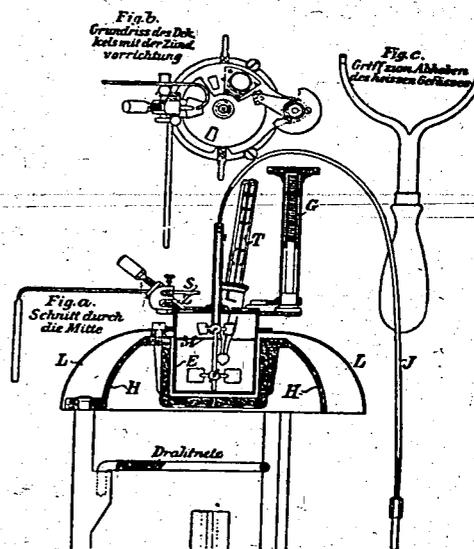
Die Flammenhöhe des Bunsenbrenners wird so geregelt, daß die Temperatur von etwa 30° unter dem vermuteten Flammpunkt ab um $3^\circ \pm 0,5^\circ$ in der Minute ansteigt. Der Brenner darf beim Regeln nicht verschoben werden und muß genau unter der Mitte des Sandbades stehen. Zweckmäßig beginnt man mit der Regelung des Temperaturanstieges, sobald der Stand des Quecksilbers ablesbar ist.

Wenn der Temperaturanstieg geregelt ist, neigt man das Zündrohr auf den Tiegel und zählt im Augenblick des Anschlagens 21–22. Bei 22 Grad Temperaturzunahme solange wiederholt, bis die Verpuffung auf der Oberfläche zum erstenmal eintritt. Die Temperatur, die das Thermometer in diesem Augenblick anzeigt, gilt als Flammpunkt (Einzelmessung). Jede Einzelmessung ist mit frischer Füllung des Tiegels auszuführen. Eine einmal im Flammpunktprüfer erhitzte Ölmenge darf zu weiteren Flammpunktbestimmungen nicht mehr verwandt werden.

Prüffehler $\pm 4^\circ$
Toleranz $- 5^\circ$

b) Bestimmung im Apparat nach Pensky-Martens

Das Öl wird in das Gefäß E bis zur Marke M eingefüllt und mit einem einfachen Bunsenbrenner erhitzt. (Temperaturanstieg bis 8° in der Minute.) Wenn eine Temperatur erreicht ist, die etwa 20° unter dem zu erwartenden Flammpunkt liegt, wird der Handrührer J ständig in Bewegung gehalten und das etwa 2 bis 3 mm lange Zündflämmchen Z durch Drehen des Griffes G von 2 Grad zu 2 Grad und



später, wenn es beim Eintauchen größer erscheint, von Grad zu Grad etwa zwei Sekunden lang in E getaucht, bis deutliches Aufflammen der Dämpfe erkennbar ist. Die Temperatur, bei der dies der Fall ist, wird als Flammpunkt angegeben.

Wasserhaltige Öle, welche beim Erhitzen stark schäumen und durch die Wasserdämpfe das Zündflämmchen zum Erlöschen bringen, sind vor dem Versuch durch Schütteln mit Calciumchlorid und nachfolgendes Filtrieren zu entwässern.

4. Viskosität

(Engler-Viskosimeter)
Nach DIN DVM 3655

Man filtriert etwa 250 cm³ Öl durch ein Sieb von 0,3 mm Maschenweite (Prüfsiebgewebe Nr. 20 DIN 1171), erwärmt es auf die Meßtemperatur und füllt es in das Meßgefäß, das vorher so ausgerichtet sein muß, daß die drei Markenspitzen M (Bild 1 und 2) in einer waagerechten Ebene liegen. Durch wiederholtes Lüften des Verschlusstiftes füllt man das Ausflußröhrchen ganz mit der Versuchsflüssigkeit und benetzt die Fläche der unteren Mündung, sodaß ein Tropfen hängen bleibt. Um den Flüssigkeitsstand genau auf die Markenspitzen einzustellen, wird der Überschuß mit einer Pipette abgesaugt. Darauf wird der Deckel auf das Gefäß G gesetzt und abgewartet, bis das in dem Gefäß befindliche Thermometer (Bild 1) die Meßtemperatur genau anzeigt. Die Versuchsflüssigkeit ist dabei zu rühren, indem das Thermometer durch Hin- und Herdrehen des Deckels darin bewegt wird. Die Temperatur des Wasserbades soll betragen:

- 20° bei 20° Meßtemperatur,
- 50,25° bei 50° Meßtemperatur,
- 101° bei 100° Meßtemperatur.

Nach Einstellung der Temperaturen läßt man durch Anheben des Verschlusstückes 200 cm³ Prüflöl in einen untergestellten Meßkolben laufen und mißt die Ausflußzeit mit einer Stoppuhr. Während der Messung ist lediglich das Thermometer im Wasserbade zu beobachten und die Temperatur des Wasserbades danach konstant zu halten. Die Quecksilbersäule des Thermometers im Gefäß G sinkt, da sie von Flüssigkeit entblößt wird. Die Ausflußmenge ist in einem gereinigten, trockenen, auf Einguß geeichten Meßkolben 200 E DENO 48 zu messen.

Für dickflüssige Öle können Engler-Viskosimeter (Zähigkeitsmesser) nach Ubbelohde verwendet werden, in die ein kleineres Ölgefäß (Zehntelgefäß) eingesetzt werden kann. Um Annäherungsbestimmungen der Ausflußzeit von 200 cm³ zu erhalten, genügt es, bei dickflüssigen Ölen die Ausflußzeit von 20, 50 oder 100 cm³ zu messen, die entsprechend mit 11,95, 5,05 oder 2,35 zu multiplizieren sind.

Da die Zähigkeit sehr stark von der Temperatur abhängt, muß bei allen Messungen die Temperatur des Wasserbades sorgfältig konstant gehalten werden.

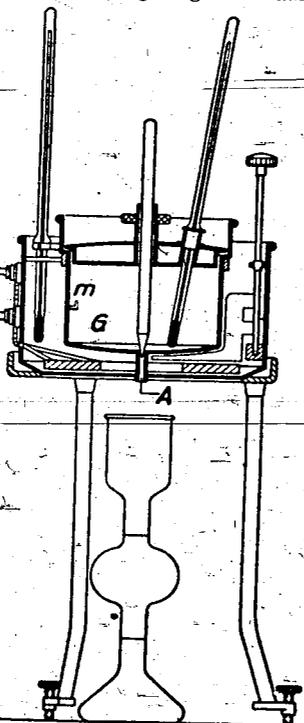


Bild 1



Toleranz

Meßtemperatur:	Englergrad:	Toleranz:
20°	bis 10 E	± 1 E
	über 10 E	± 10%
50°	bis 10 E	± 0,5 E
	über 10 E	± 5%
100°		± 10%

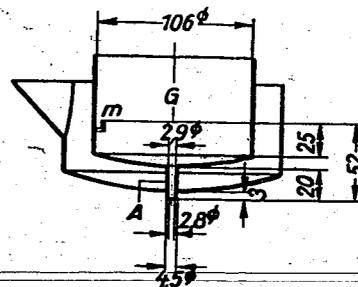


Bild 2

Abmessungen des Viskosimeter- (Zähigkeitsmesser-) Gefäßes mit den festgelegten Fehlergrenzen.

	Fehlergrenze
a) Für das innen vergoldete Gefäß G:	
Weite (innerer Durchmesser)	106 mm ± 1,0 mm
Höhe des zylindrischen Teils unterhalb der Markenspitzen m	25 mm ± 1,0 mm
Höhe der Markenspitzen über der unteren Röhrchenmündung	52 mm ± 0,5 mm
b) Für das Ausflußröhrchen A:	
Weite (innerer Durchmesser):	
oben	2,90 mm ± 0,02 mm
unten	2,80 mm ± 0,02 mm
der aus dem äußeren Gefäß unten hervorragende Teil des Röhrchens:	
Höhe	3,0 mm ± 0,3 mm
Breite	4,5 mm ± 0,2 mm

5. Stockpunkt

In ein Reagensglas mit flachem Boden von 15 mm lichter Weite werden etwa 5 cm³ des Öles eingefüllt, sodaß das Reagensglas 3 cm hoch gefüllt ist. In das Öl taucht ein passendes Thermometer, welches mit einem Korke im Reagensglas festgehalten wird, genau zentrisch so tief ein, daß der untere Rand der Quecksilberkugel 10 mm vom Boden des Reagensglases entfernt ist. Das Reagensglas wird nun in einem von Kohlendioxid umgebenen Luftbad, wozu ein Becherglas von 200 cm³ in einem solchen von 500 cm³ dienen kann, abgekühlt, bis das Thermometer die vorgeschriebene Temperatur zeigt. Dann wird das Reagensglas herausgenommen und mit der Öffnung nach unten so gehalten, daß es in einem Winkel von etwa 30° zur Horizontalen geneigt ist. Zunächst fällt der Quecksilberfaden noch um einen kleinen Betrag, dann steigt er langsam an. Die Temperatur, bei der das Öl eben zu fließen beginnt, gilt als der Stockpunkt.

Toleranz + 5°

6. Wasser

Der Wassergehalt wird nach der für präparierte Teere vorgeschriebenen Arbeitsweise (s. Blatt 12) bestimmt.

7. Satzfreiheit und Gehalt an Ausscheidungen (auch Naphthalin)

a) ohne Destillation

Man erwärmt 100 cm³ Öl unter Umrühren auf dem Wasserbad bis zum Verschwinden aller Ausscheidungen und kühlt dann auf die vorgeschriebene Temperatur ab. Bei dieser Temperatur läßt man das Öl unter öfterem Umrühren die jeweils vorgeschriebene Zeit hindurch stehen. Die Abkühldauer beträgt, sofern eine besondere Angabe nicht gemacht ist, ½ Stunde.

Bei Eisenbahnteerfettöl darf während des Abkühlens nicht umgerührt werden.

Die entstandenen Ausscheidungen trennt man hierauf möglichst durch Abnutschen und preßt sie durch Aufstreichen auf einen porösen Tonteller von 150 mm Durchmesser trocken. Nach 2 Stunden werden sie mit einem Spatel abgenommen und gewogen.

b) mit Destillation (Bestimmung des Naphthalingehaltes)

Das bei der Siedeanalyse von 100 cm³ Öl zwischen 180 und 250° übergehende Destillat wird gesondert aufgefangen und nach dem Erkalten ½ Stunde lang in Eiswasser gestellt. Das ausgeschiedene Naphthalin wird mit der Saugpumpe schnell vom Öl getrennt und durch Aufstreichen auf einen porösen Tonteller von 150 mm Durchmesser vom Rest des Öles befreit. Nach 2 Stunden wird das Naphthalin mit einem Spatel abgenommen und gewogen.

c) Sondervorschrift für Imprägnieröle Schweden, Norwegen, Finnland, Türkei

Man erwärmt 100 cm³ Öl unter Umrühren auf dem Wasserbad auf die vorgeschriebene Temperatur. Das Öl muß dabei vollkommen klar und flüssig werden und auch klar bleiben, wenn es mit dem gleichen Volumen kristallisierbaren Benzols vermischt wird.

Gießt man zwei Tropfen dieser Mischung auf mehrfach zusammengefaltetes Filtrierpapier, so müssen sie von diesem völlig aufgesogen werden, ohne mehr als Spuren, d. h. ohne einen deutlichen Flecken ungelöster Stoffe zu hinterlassen. Denselben Bedingungen muß auch das unvermischte Öl bei der vorgeschriebenen Temperatur genügen.

8. Saure Öle

100 cm³ Öl werden wie bei der Siedeanalyse überdestilliert, bis die Menge des Destillates 95% beträgt. Dieses wird mit 50 cm³ Xylol verdünnt und in einem 250 cm³ fassenden Schüttelzylinder mit 100 cm³ Natronlauge vom spezifischen Gewicht 1,15 fünf Minuten lang kräftig durchgeschüttelt. Nach ½ stündigem Stehen wird die Volumenzunahme der Natronlauge als Prozentgehalt des Öles an sauren Ölen abgelesen. Hierbei ist der den zulässigen Wassergehalt übersteigende Wassergehalt in Abzug zu bringen.

Für Öle mit über 20% sauren Ölen werden für je 10% des zu erwartenden Mehrgehaltes 50 cm³ Natronlauge mehr angewandt.

Prüffehler ± 0,5%

Toleranz + 1%

Bei Anstrichkarbolinum (Vorschrift der Reichspost) werden 100 cm³ mit Kochsalz gesättigter Natronlauge vom spezifischen Gewicht 1,15 in einen mit Gradeinteilung versehenen Schüttelzylinder von 250 cm³ Inhalt eingefüllt. Hierzu gibt man ein Gemisch von 100 cm³ Karbolinum und 50 cm³ Benzol und schüttelt mehrmals kräftig durch. Nach 1 bis 2 Stunden wird die Volumenzunahme der (unteren) Laugenschicht abgelesen und als Gehalt an sauren Bestandteilen in Vol.-% angegeben. Bei dieser Prüfung ist ein meßbarer Wassergehalt zu berücksichtigen.

9. Chlor

50 cm³ Öl werden in einem graduierten Schüttelzylinder zu 100 cm³ mit eingeschlifffnem Glasstöpsel mit 50 cm³ etwa 60–70° heißem, destilliertem, chlorfreiem Wasser eine Minute lang kräftig durchgeschüttelt. Nach erfolgter Trennung der Schichten filtriert man die wäßrige Schicht durch ein kleines Faltenfilter. Vom Filtrat entnimmt man mit der Pipette 10 cm³, versetzt mit 100 cm³ chlorfreiem Wasser, 5 cm³ chlorfreier Salpetersäure und 10 cm³ 5%iger Silbernitratlösung und erhitzt bis zum beginnenden Sieden. Der Niederschlag von Chlor-silber wird abfiltriert, mit heißem Wasser, das mit einigen Tropfen Salpetersäure angesäuert ist, gewaschen und samt Filter in bekannter Weise im gewogenen Tiegel verascht, mit etwas Salpetersäure und darauf mit etwas Salzsäure versetzt. Hierauf wird abgeraucht, bis zum beginnenden Schmelzen erhitzt und der Tiegel nach dem Erkalten gewogen. Die Gewichtszunahme, multipliziert mit dem Faktor

$$\frac{0,2474 \cdot 100}{s \cdot 10}$$

ergibt den Chlorgehalt des Teeröles in Prozenten; s bedeutet das spezifische Gewicht des Teeröles.

10. Schwefel

1 bis 1,5 g Öl werden in das Verbrennungsschälchen der kalorimetrischen Bombe eingewogen. In die Bombe gibt man 5 cm³ destilliertes Wasser, setzt das Verbrennungsschälchen ein, füllt sie mit reinem Sauerstoff (etwa 20 Atm.) und verbrennt das Öl in bekannter Weise. Die Verbrennungsgase werden nach dem Abkühlen der Bombe in eine Lösung von 2 g reinem Na₂CO₃ in etwa 50 cm³ H₂O geleitet. Die ganze Apparatur (Bombe und Deckel mit Armatur) wird mit destilliertem Wasser ausgewaschen, das Waschwasser gesammelt und mit der Na₂CO₃-Lösung vereinigt. Die so erhaltene Flüssigkeit wird durch ein Faltenfilter filtriert und, falls sie ein Volumen von etwa 100 cm³ übersteigt, auf dem Wasserbad eingeeengt. Darauf wird mit Salzsäure angesäuert, die entstandene Schwefelsäure mit Bariumchlorid gefällt und der Niederschlag wie üblich behandelt.

Die Öleinwaage wird zweckmäßig so bemessen, daß man mindestens 0,01 g Bariumsulfat erhält.

11. Verkokung

Der Verkokungsrückstand wird nach der für Pech angegebenen Vorschrift (s. Blatt 11) bestimmt.

Konstanten Test

12. Asche

Nach DIN DVM 3657

Man wiegt in einem ausgeglühten und gewogenen Porzellan- oder Quarztiegel 10–15 g Öl ab und setzt den Tiegel in ein Tondreieck. Mit kleiner Flamme wird zunächst vorsichtig erhitzt, bis sich die entweichenden Dämpfe entzünden lassen. Dann wird die Erhitzung derart geregelt, daß der Tiegelinhalt ruhig abbrennt. Sind schließlich nur noch kohlige Anteile vorhanden, so wird der Tiegel mit starker Flamme geglüht, bis diese verschwinden. Schwerverbrennliche Kohlerückstände lassen sich leicht veraschen, wenn man sie mit aschefreiem Wasserstoffsperoxyd befeuchtet oder wenn man das Glühen in einer Mischung von Luft mit wenig Sauerstoff, die durch einen Rosetiegeldeckel eingeleitet werden kann, vornimmt. Nach dem Erkalten im Exsikkator wird die Asche gewogen.

Meßfehler $\pm 0,005$ Toleranz $+ 0,005$ **13. Xylol (Benzol)-Unlösliches**

25 g Öl werden mit 25 cm³ Xylol (Benzol) kräftig durchgeschüttelt, auf ein vorher getrocknetes und gewogenes Filter gegeben und mit heißem Xylol (Benzol) gründlich nachgewaschen. Nach dem Trocknen ergibt die Gewichtszunahme des Filters den Gehalt an in Xylol (Benzol) unlöslichen Bestandteilen.

14. Tupfprobe

Beim Vermischen von gleichen Raumteilen Benzol und Öl muß eine klare Lösung entstehen, die nicht mehr als Spuren unlöslicher Körper ausscheiden darf. 2 Tropfen dieser Mischung und auch des unvermischten Öles müssen auf mehrfach zusammengefaltetes Filterpapier gebracht, von diesem vollständig aufgesogen werden und dürfen mehr als Spuren, d. h. einen deutlichen Flecken ungelöster Stoffe, nicht hinterlassen.

15. Mechanische Verunreinigungen

Mechanische Verunreinigungen werden durch Filtern nachgewiesen. Kristallinische Ausscheidungen sind vorher durch Anwärmen der Ölprobe in Lösung zu bringen.

16. Heizwert

Der Heizwert wird in der kalorimetrischen Bombe nach Berthelot-Mahler bestimmt. Es wird der untere Heizwert angegeben.

17. Verhalten gegen Mineralöl (nur für Teerfettöle vorgeschrieben)

10 cm³ Teerfettöl werden mit 5 cm³ klarem, dünnem Mineralöl mit einem spezifischen Gewicht von ungefähr 0,920 bei 20° in einem kleinen Schüttelzylinder kräftig geschüttelt. Wenige Tropfen der Mischung dürfen, auf ein Uhrglas gegossen, auch nach längerem Stehen keine mit unbewaffnetem Auge sichtbaren teerigen Ausscheidungen zeigen.

16

IMPRÄGNIERÖL

Untersuchungsvorschriften der Deutschen Reichsbahn

1. Prüfungsgerät und Hilfsmittel

1. Eine Senkwaage mit einer 15 cm langen Teilung auf Tausendstel für die spez. Gewichte von 1,000 bis 1,150.
2. Ein Thermometer, in $\frac{1}{2}^\circ$ eingeteilt bis 120° .
3. Sechs Retorten mit einem Rauminhalt von etwa 250 cm³, gemessen bis zum untersten Rande des etwa 25 bis 28 cm langen Ablaufrohres.
4. Zwei über das Ablaufrohr der Retorte zu schiebende, mit Korken zu befestigende, kurze gebogene Vorstöße.
5. Ein Destillationsthermometer mit Glasskala, in ganze Grade von 0 bis 360 nach Celsius eingeteilt.
6. Sechs Meßgläser (Vorlagen), je 3 mit 50 und 100 cm³ Rauminhalt, Höhe 20 und 25 cm, die zu 50 cm³ in halbe Kubikzentimeter, die zu 100 cm³ in ganze Kubikzentimeter eingeteilt.
7. Zwei Standgläser von 50 cm Höhe und 4 cm lichtem Durchmesser.
8. Ein Stativ mit Klammer zum Halten der Retorten.
9. Ein Ring für das Stativ zum Halten der Abdampfschale, 10 cm Durchmesser.
10. Zwei Porzellanabdampfschalen, 10 cm Durchmesser.
11. Ein Dreifuß und zwei quadratische Stücke Eisendrahtgeflecht von etwa 14 cm Seitenlänge.
12. Eine Barthelsche Benzin- und eine Spirituslampe.
13. Zwei mit eingeschlifftem Stopfen verschließbare zylindrische Schüttelgläser von 250 cm³ Rauminhalt mit Einteilung in Abständen von je 2 cm³.
14. Eine Flasche mit Natronlauge vom spez. Gewicht 1,15 mit Kochsalz gesättigt.
15. Eine Flasche mit kristallisierbarem Benzol.

2. Probeentnahme

Das Öl ist, bevor die Probe entnommen wird, tüchtig umzurühren. Etwa vorhandener Bodensatz ist nach Bedarf durch Anwärmen – Durchleiten von Dampf durch Heizschlangen – in Lösung zu bringen*. Bei Kesselwagen wird das Umrühren von Hand mittels einer Stange durch das Mannloch im allgemeinen genügen; bei Tanks, Vorratskesseln u. dgl. wird Umrühren mittels Preßluft nicht zu umgehen sein. Aus sehr großen Behältern sind Proben in verschiedener Tiefe zu entnehmen und zwecks Erzielung eines Durchschnittes miteinander zu mischen.

Die Entnahme der Proben geschieht in verschiedener Weise je nach Art der Ölbehälter.

Bei Kesselwagen ist es zweckmäßig, einen etwa 150 cm langen Heber aus Zink- oder Weißblech bis in die Nähe des Bodens einzuführen und ihn dann mit dem Daumen, einem Kork oder Gummistopfen verschlossen, herauszuziehen.

Bei tieferen Gefäßen empfiehlt es sich, Probeflaschen an einer Stange befestigt zu verwenden. Bei Öltanks verdienen an einer Schnur befestigte durch Blei beschwerte Probeflaschen den Vorzug. Das Öl ist, wenn nicht mehrere Proben notwendig sind, aus dem mittleren Drittel des Behälters zu entnehmen. Die Probeflaschen müssen durch Stopfen verschlossen sein, die sich durch Ruck an einer Schnur lösen. Unter Aufsteigen von Luftblasen tritt das Öl in die Probeflaschen, die erst hochgezogen werden dürfen, wenn keine Luftblasen mehr entweichen.

* Der Dampf zur Beheizung des Öles darf unter keinen Umständen unmittelbar in das Öl geleitet werden.

Bei der Entnahme einer Probe aus einem geschlossenen Kessel, Tränkkessel oder Ölvorwärmer werden aus dem Probierhahn, der am oberen Drittel angebracht sein soll, oder dem Ölstandglas zunächst etwa 5 Liter Öl in einen darunter gehaltenen Eimer abgelassen und dann erst die maßgebende Probe entnommen.

Die Probegefäße müssen frei von Wasser sein und werden zweckmäßig nicht gereinigt. Bei Resten von Proben früherer Entnahme genügt deren Ausgießen und ein zweimaliges Ausspülen mit dem nunmehr zu prüfenden Öl. Die dritte in der vorgeschriebenen Weise vorgenommene Füllung ist als maßgebender Durchschnitt anzusehen.

3. Allgemeine Untersuchung

Reines Steinkohlenteeröledestillat ist kenntlich an seinem Geruch, seiner in durchfallendem Licht schwärzlichen, in dünneren Schichten gelben Farbe und dem bei auffallendem Licht auftretenden charakteristischen grünen Schiller.

Verfälschungen durch Steinkohlenteer verraten sich durch mangelnde Klarheit, solche durch Braunkohlenteeröl durch Verschwinden des grünen Schillers und Auftreten einer dunkelbraunen Farbe und eines unangenehmen, kratzenden Geruches. Verfälschungen durch Mineralöl verursachen Schiller in auffallendem Licht, solche durch Melasseerölen an Heringslake erinnernden, unangenehmen, scharfen Geruch. Nach vorstehenden Kennzeichen verdächtiges Öl ist zurückzuweisen.

4. Bestimmung des Einheitsgewichtes

Man erwärmt etwa 0,5 Liter Teeröl auf 20° (heißes, dem Ölvorwärmer oder Tränkkessel entnommenes Öl ist auf diese Temperatur abzukühlen). Nachdem man das Öl in ein Standglas gefüllt hat, setzt man vorsichtig die Senkwaage hinein und liest, sobald sich das Öl auf 20° abgekühlt hat, die an der Oberfläche des Öles erscheinende Zahl der Teilung ab, die das Einheitsgewicht angibt. Das zulässige Gewicht soll zwischen den Grenzen von 1,040 bis 1,150 liegen.

Stößt die Wärmeabsetzung auf Schwierigkeiten, so kann von der Abkühlung des heißen Teeröls auf 20° abgesehen und die Ablesung des Einheitsgewichtes schon bei 20 bis 30° vorgenommen werden. Dem ermittelten Gewicht ist in diesem Falle für jeden Grad über 20° ein fester Wert von 0,0007 hinzuzurechnen. Die erhaltenen Werte sind auf 2 Dezimalen abzurunden.

5. Prüfung auf Verunreinigungen

Über den am Stativ befestigten Haltering wird ein Stück Drahtgeflecht gelegt und dann die etwa zur Hälfte mit Teeröl gefüllte Abdampfschale darauf gestellt. Mit Hilfe der Klammer wird das Thermometer an dem Stativ so befestigt, daß die Kugel in das Öl eintaucht. Man erhitzt solange unter Umrühren mit einem Glas- oder Holzstab, bis das Thermometer etwa 45° zeigt, und löscht dann die Flamme aus. Sobald die Temperatur des Öles wieder auf 30° gesunken ist, gießt man 20 cm³ in eines der mit Teilung versehenen Meßgläser (Vorlagen), fügt 20 cm³ Benzol hinzu und schüttelt kräftig um.

Diese Mischung muß frei von merkbarer Trübung bleiben und darf höchstens Spuren ungelöster Körper ausscheiden. Gießt man 2 Tropfen der Mischung auf mehrfach zusammengefaltetes Filtrierpapier, so müssen sie von diesem völlig aufgesogen werden, ohne mehr als Spuren, d. h. ohne einen deutlichen Flecken ungelöster Stoffe zu hinterlassen. Denselben Bedingungen muß auch das unvermischte Teeröl bei 30° genügen.

6. Destillation des Öles

Man mißt 102 cm³ Teeröl (da etwa 2 cm³ an der Innenwand des Gefäßes haften bleiben, gelangen in die Retorte 100 cm³) ab und gießt diese Menge in eine zuvor mit Vorstoß versehene Retorte. Durch die Öffnung im Kolben der Retorte wird das Thermometer eingeführt, auf dem ein durchbohrter Korken zum Verschließen der Öffnung verschiebbar, aber eng aufsitzt. Das Thermometer muß so weit in den Kolben hineinragen, daß sich der untere Rand der Quecksilberkugel etwa 2 cm über dem Flüssigkeitsspiegel befindet. Nun befestigt man die Retorte mit der Klammer so am Stativ, daß der Kolben auf dem Dreifuß liegt und das Thermometer senkrecht steht. Nachdem unter das Ablaufende des Vorstoßes ein Meßglas (Vorlage) von 50 cm³ Rauminhalt gestellt worden ist, wird der Retorteninhalt allmählich erhitzt. Um ein zu rasches Erhitzen zu verhindern, ist zwischen Kolben und Dreifuß ein Stück Drahtgeflecht zu schieben.

Zunächst destilliert das in jedem Öl in geringen Mengen enthaltene Wasser über, dessen Vorhandensein durch ein stöbendes Kochen bemerkbar ist. Die Retorte darf zunächst nur langsam und vorsichtig mit kleiner Flamme erhitzt werden, um bei starkem Wassergehalt starkes Stoßen und Übersäumen zu vermeiden. Wenn alles Wasser verdunstet ist, siedet die Flüssigkeit ruhig. Die Destillation des Teeröls ist so zu leiten, daß in jeder Minute etwa 120 Tropfen in die Vorlage fallen.

Das Teeröl soll so beschaffen sein, daß bei 150° höchstens 3 v. H., bei 200° höchstens 10 v. H. und bei 235° höchstens 20 v. H. an öligen Bestandteilen überdestillieren. Zeigt deshalb das Thermometer 150° an, so ist die Menge der in die Vorlage übergegangenen Flüssigkeit abzulesen, das gleiche hat bei 200° und 235° zu geschehen. Die in Kubikzentimetern abgelesene Menge entspricht auch dem Vomhundertsatz des Destillates.

7. Untersuchung des Gebrauchsoles auf Wasser

Die Untersuchung des Gebrauchsoles erfolgt in der gleichen Weise. Beim Erwärmen ist besonders vorsichtig vorzugehen und die Ablesung des Wassers im Destillat erst vorzunehmen, wenn sämtliche Wassertropfen aus dem Retortenhals in den vorgelegten Meßzylinder übergegangen sind. Der Wassergehalt darf 3% nicht übersteigen, andernfalls Entwässerung des Öls zu fordern ist.

8. Bestimmung des Gehaltes an sauren Bestandteilen

Nachdem das Teeröl in der Retorte bis 235° erhitzt worden war, wird die Destillation einige Minuten zur Abkühlung der Retorte unterbrochen, das Thermometer mit dem Korken herausgezogen und die Kolbenöffnung mit einem undurchbohrten Korken fest verschlossen. Nun wird nach Auswechslung der Vorlage weiter erhitzt, bis etwa insgesamt 85 bis 90 cm³ des Teeröls überdestilliert sind. Darauf wird der Inhalt beider Vorlagen in eines der 250 cm³ fassenden Schüttelgläser gegossen, in denen zuvor genau 100 cm³ der mit Kochsalz gesättigten Natronlauge vom spezifischen Gewicht 1,15 eingefüllt worden sind. Die in den Vorlagen zurückbleibenden Ölreste werden mit je 25 cm³ Benzol, das nebenbei die Trennung des Öles von der Lauge begünstigt, in das Schüttelglas gespült. Nach Verschließen des Glases wird der Inhalt kräftig umgeschüttelt und das Glas sodann etwa eine Stunde ruhig stehen gelassen. Nach dieser Zeit hat sich die Natronlauge mit den gelösten Teersäuren unten abgesetzt, während sich die Benzollösung der nicht in Natronlauge löslichen Öle oben angesammelt hat.

Der Unterschied des unteren Flüssigkeitsspiegels gegen den Teilstrich 100 zeigt den Vomhundertsatz des untersuchten Teeröls an sauren Bestandteilen an.



Wenn bei der Destillation Wasser im Öl festgestellt worden ist, so muß der ermittelte Vomhundertsatz an sauren Bestandteilen um den festgestellten Vomhundertsatz des Wassergehaltes gekürzt werden. Der Gehalt des Teeröls an sauren Bestandteilen soll mindestens 5 v. H. betragen. Bei der Probe muß also die untere Flüssigkeitsschicht mindestens 105 cm³ ohne Wasser ausmachen.

Beispiel:

Abgemessene Menge Natronlauge	100 cm ³
untere Schicht nach dem Schütteln	110 cm ³
Zunahme	10 cm ³
Wassergehalt des Destillates	1 cm ³
saure Bestandteile	9 cm ³

9. Umfang der Prüfungen

Grundsätzlich ist jede eingehende Teilsendung einer Lieferung des Frischöles zu prüfen. Gehen täglich mehrere Tankwagen desselben Lieferers ein, so kann die Untersuchung durch Zusammenschütten der Teilproben aus den einzelnen Wagen vereinfacht werden. Entspricht nach der Untersuchung das Öl nicht den Bedingungen, so müssen die Wagen einzeln untersucht werden.

Da unter den heutigen Verhältnissen das Steinkohlenteeröl fast stets genügenden Gehalt an sauren Bestandteilen aufweist, braucht nur etwa jede zehnte Teilsendung einer Lieferung auf saure Bestandteile untersucht zu werden.

Von Zeit zu Zeit ist nach pflichtmäßigem Ermessen des Abnahmebeamten auch das Gebrauchsöl zu untersuchen. Aus welchen Behältern (Vorratsbehälter, Tränkungskessel, Ölvorwärmer) im übrigen die Proben des Gebrauchsöls entnommen werden, bleibt dem Abnahmebeamten überlassen.

Nicht vorschriftsmäßig befundenes Teeröl hat der Abnahmebeamte von der Verwendung auszuschließen. Von der Zurückweisung des nicht bedingungsgemäß befundenen Teeröls ist der Beschaffungsstelle Mitteilung zu machen.

Entstehen bei der Prüfung Meinungsverschiedenheiten über die Güte des Teeröls, so ist unter Einsendung einer Probe an die Beschaffungsstelle zu berichten. Keinesfalls darf das Teeröl verwendet werden, ehe unzweifelhaft festgestellt ist, daß es den Bedingungen entspricht.

Der Abnahmebeamte hat die Prüfungsergebnisse in ein Merkbuch gemäß Anlage einzutragen und die entnommenen Proben 6 Monate lang aufzubewahren.

17

AMERIKAÖL

1. Siedeanalyse

Die Apparatur muß genau den Angaben der nachstehenden Zeichnungen entsprechen.

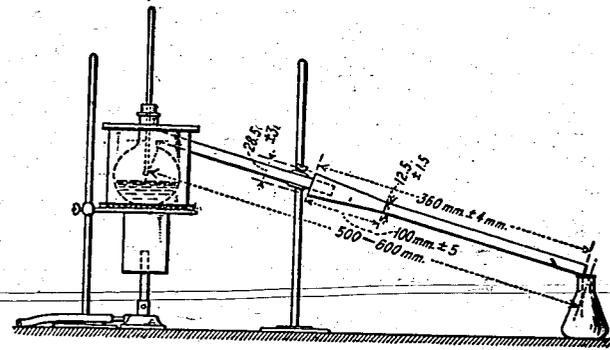


Bild 1

Für das Thermometer sind folgende Maße vorgeschrieben: Stabthermometer mit Skala im Glas.

Gesamtlänge	378—384 mm
Gradeinteilung	von 0—400° C
Durchmesser	6—7 mm
Quecksilberkugeldurchmesser	5—6 mm
Quecksilberkugellänge	10—15 mm
Entfernung der 0°-Linie vom Boden der Quecksilberkugel	25—35 mm
Entfernung der 400°-Linie von der Spitze des Thermometers	30—45 mm

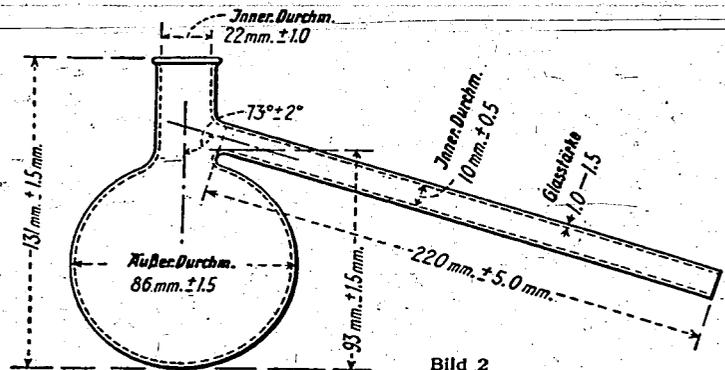


Bild 2

GE
1

Bp 273,3

Typ C
114.11

18

NAPHTHALIN

1. Erstarrungspunkt

a) von Rohnaphtalin (Typ C 5-7)

In einem 200 cm³ fassenden Porzellanbecher werden ungefähr 175 g Naphthalin auf dem Wasserbade geschmolzen.

Nachdem der Becher vom Wasserbade entfernt ist, wird in das vollkommen verflüssigte Naphthalin ein in Zehntelgrade geteiltes, mit dem Normalthermometer verglichenes Thermometer, das von 60 bis 85° reicht, so eingeführt, daß der Flüssigkeitsspiegel etwa 5° unter der Marke des zu erwartenden Erstarrungspunktes liegt. Unter ständigem Rühren mit einem gebogenen, kreisförmigen Rührer aus Kupferdraht wird das Fallen der Temperatur in dem langsam erkaltenden Naphthalin beobachtet. Sobald sich die ersten Kristalle bilden, was an einer Trübung der Flüssigkeit zu erkennen ist, kommt der Quecksilberfaden gewöhnlich zum Stillstand und steigt darauf wieder an. Die Temperatur, bei der er zur Ruhe gelangt und längere Zeit stehen bleibt, wird abgelesen und als Erstarrungspunkt des Naphthalins angegeben.

b) von Reinnaphthalin und Preßgut

Etwa 100 g Naphthalin werden in einer etwa 100 cm³ fassenden Porzellanschale unter Umrühren geschmolzen. Etwa 40 cm³ der Schmelze bringt man in den vorgewärmten Shukoffschen Apparat, sodaß dieser bis zu $\frac{3}{4}$ gefüllt ist. Darauf wird ein in Zehntelgrade geteiltes Naphthalinthermometer mit einem durchbohrten Korkstopfen so eingesetzt, daß sich die Quecksilberkugel in der Mitte der Flüssigkeit befindet. Ist die Temperatur bis nahe an den Erstarrungspunkt des Naphthalins (etwa bis 83°) gefallen, so wird durch andauerndes Schütteln die Kristallisation bewirkt. Sobald sich die ersten Kristalle bilden, kommt der Quecksilberfaden gewöhnlich zum Stillstand und steigt darauf wieder an. Die Temperatur, bei der er zur Ruhe gelangt und längere Zeit stehen bleibt, wird abgelesen und unter Berücksichtigung einer Korrektur für den herausragenden Quecksilberfaden als Erstarrungspunkt des Naphthalins angegeben. Diese Korrektur kann für Quecksilberthermometer gleich $n(t - t_0)$ gesetzt werden. Es bedeutet

n die Anzahl der Skalengradlänge des herausragenden Fadens
 t die abgelesene Temperatur
 t_0 die mittlere Temperatur des herausragenden Fadens.
 t kann annäherungsweise mit einem Hilfstermometer bestimmt werden, dessen Quecksilberkugel sich in der halben Höhe des herausragenden Fadens befindet. Größere Genauigkeit gewährt die Benutzung eines Fadenthermometers.

Bei der Bestimmung des Erstarrungspunktes von Naphthalin Typ B und C 1 werden 100 bis 150 g Naphthalin aufgeschmolzen und etwa 10 Minuten über einer Bunsenflamme auf 120° erhitzt, bis alles Wasser verdunstet ist.

2. Siedeanalyse

Die Destillation wird nach der für präp. Teer angegebenen Vorschrift (s. Blatt 12) ausgeführt mit dem Unterschied, daß als Kühlrohr ein Glasrohr von 50 cm Länge und 8 mm lichter Weite benutzt wird. Es werden 100 g Naphthalin destilliert. Das Destillat wird von 10 zu 10 Grad in kleinen, tarierten Porzellanschälchen aufgefangen. Der besonders zu bestimmende Wassergehalt ist in Abzug zu bringen.

W. Gieseler, Essen

GE
1

3. Wasser

Der Wassergehalt wird mit 100 g Naphthalin und 50 cm³ Xylol nach der für präp. Teer vorgeschriebenen Arbeitsweise (s. Blatt 12) bestimmt.

4. Xylolunlösliches

100 g Naphthalin werden in einem Kolben auf dem Wasserbade in 200 cm³ Xylol gelöst. Die Lösung wird durch ein bei 100° getrocknetes, gewogenes Filter filtriert und der etwa ungelöst gebliebene Rückstand mit heißem Xylol auf das Filter gespült. Nach völligem Auswaschen des Filters und des Rückstandes mit heißem Xylol wird das Filter bei 105° bis zur Gewichtskonstanz getrocknet und gewogen.

5. Schwefelsäurereaktion

3 g Naphthalin werden in einem Reagensglase von 15 mm lichter Weite mit 3 cm³ chemisch reiner Schwefelsäure übergossen und in einem kochenden Wasserbade unter öfterem Umschütteln erwärmt, bis völlige Lösung eingetreten ist.

Die Färbung wird in der horizontalen Durchsicht beobachtet.

Verkaufsvereinigung für Teererzeugnisse
Essen

Amerika-Naphthalin
Sondervorschriften
1932

19

AMERIKA-NAPHTHALIN

1. Auszug aus den amerikanischen Zollvorschriften für die Vorbereitung von Naphthalin zur Bestimmung des Erstarrungspunktes

Man nimmt eine sorgfältig gezogene Durchschnittsprobe, zerkleinert Klumpen und Mottenkugeln und mischt gründlich durch, vermeidet jedoch so weit wie möglich das Entweichen flüchtiger Bestandteile.

Dann prüft man, ob das Naphthalin wasserhaltig ist. Die Gegenwart von Wasser zeigt sich durch trübes Aussehen des geschmolzenen Naphthalins und ferner bei der Destillation mit Solventnaphtha. (100 g Naphthalin werden mit 100 cm³ Solventnaphtha bis 160° destilliert.) Enthält das Naphthalin Wasser, so bestimmt man den Erstarrungspunkt gleichzeitig von einem nicht getrockneten und einem getrockneten Teil der Durchschnittsprobe.

Das Trocknen wird in der Weise vorgenommen, daß man 100 g Naphthalin in dünner Schicht in einer Abdampfschale ausbreitet und diese dann mindestens 24 und höchstens 48 Stunden in einem Exsikkator von etwa 27,5 cm Höhe und 30 cm Durchmesser stellt. Den Exsikkator füllt man vorher im unteren Teil mit wasserfreiem Calciumchlorid und sättigt den oberen freien Raum mit Naphthalindampf und den anderen flüchtigen Bestandteilen, die im Handelsnaphthalin naturgemäß zugegen sind, indem man 200 g Naphthalin von etwa der gleichen Reinheit, wie sie die zu untersuchende Probe aufweist, in dünner Schicht in einer flachen Abdampfschale ausgebreitet 72 Stunden lang in dem Exsikkator beläßt.

Der Erstarrungspunkt des so vorbereiteten Naphthalins wird nach der für Rohnaphthalin-Warmpreßgut vorgeschriebenen Arbeitsweise (s. Blatt 18) bestimmt.

2. Naphthalingehalt

100 g getrocknetes Naphthalin werden nach der in Blatt 12 und 18 angegebenen Vorschrift destilliert, jedoch so, daß das gesamte Destillat in einer gewogenen Porzellanschale aufgefangen wird. Man destilliert so lange, bis aus dem Kühlrohr der erste gelbliche Tropfen abfällt, entfernt die Vorlage und wiegt sie. Die gefundene Gewichtsmenge wird als Naphthalingehalt angesehen.

W. Charbon, Essen

GE
1

Verkaufsvereinigung für Teererzeugnisse
Essen

Anthracen
Untersuchungs-
vorschriften
1932

20

ANTHRACEN

1. Reingehalt

1 g Anthracen wird in einem Kolben von $\frac{1}{2}$ Liter Inhalt, der mit einem Rückflußkühler versehen ist, mit 45 cm³ Eisessig versetzt und zum Sieden erhitzt.

In die dauernd im Sieden gehaltene Lösung läßt man eine Lösung von 15 g kristallisierter 90%iger Chromsäure in 10 g Wasser und 10 g Eisessig oder 25 cm³ einer so hergestellten Vorratslösung so langsam eintropfen, daß dieses 2 Stunden in Anspruch nimmt.

Die Flüssigkeit wird noch weitere 2 Stunden zum Sieden erhitzt, bleibt dann 12 Stunden im Kolben stehen und wird, mit 400 cm³ kaltem destilliertem Wasser vermischt, nochmals 3 Stunden der Ruhe überlassen.

Das ausgeschiedene Anthrachinon wird abfiltriert, mit destilliertem Wasser bis zum Verschwinden der sauren Reaktion, hierauf mit etwa 200 cm³ siedender Atznatronlösung (10 g im Liter), bis das Filtrat vollkommen farblos abläuft, und zuletzt mit heißem Wasser bis zum Verschwinden der alkalischen Reaktion ausgewaschen.

Das mit möglichst wenig Wasser auf ein geräumiges Uhrglas gespülte Anthrachinon wird nach dem Verdampfen des Wassers auf dem Wasserbade bei 100° getrocknet, mit 10 cm³ rauchender Schwefelsäure von ca. 16% Anhydridgehalt versetzt und 10 Minuten im Wasserdampf- luftbad auf 100° erwärmt. Das Uhrglas mit der Lösung bringt man auf eine dicke Lage angefeuchteten Filtrierpapiers unter eine geräumige Glasglocke und läßt es dort 12 Stunden stehen. Der durch Wasseraufnahme entstandene Kristallbrei wird mit 200 cm³ Wasser in ein Becherglas gespült, filtriert und auf dem Filter wie vorher nacheinander mit reinem Wasser, siedender Atznatronlösung und heißem Wasser vollständig ausgewaschen.

Das Anthrachinon wird vom Filter in eine Nickel-, Porzellan- oder Quarzschale gespritzt, das Wasser auf dem Wasserbade verdampft und die Schale bei 100° getrocknet und gewogen.

Das Anthrachinon wird schließlich durch vorsichtiges, nicht zum Glühen der Schale gesteigertes Erhitzen verflüchtigt und diese mit dem Asche- und Kohlenrückstand gewogen.

Der Gewichtsunterschied der beiden Wägungen ergibt die Menge des erhaltenen Anthrachinons. Durch Multiplikation mit dem Koeffizienten 0,8558 erhält man den Gehalt an Reinanthracen.

(Umrechnungstafel siehe Rückseite!)

Toleranz 1%

2. Chlor

10 g Anthracen werden in einer Nickelschale von 100 cm³ Inhalt mit 10–20 cm³ chlorfreier 35%iger Natronlauge (spez. Gewicht 1,385) in der Kälte bis zur völligen Benetzung verrührt und auf dem Sandbad langsam zum Trocknen gebracht. Als dann wird das Anthracen vorsichtig wegsublimiert. Der Rückstand wird durch schwaches Glühen völlig verkohlt, mit 200–250 cm³ destilliertem Wasser aufgenommen, mit reiner Salpetersäure kalt angesäuert, filtriert und nachgewaschen. Im Filtrat wird das Chlor in bekannter Weise als Chlorsilber bestimmt.

Prüffehler \pm 0,02%

TAFEL

zur Umrechnung von Anthrachinon in Anthracen bei der Gehaltsbestimmung des Rohanthracens
nach der Höchster Methode (Luck). Anthrachinon × 0,8558 = Anthracen

Anthra- chinon	Anthra- cen														
43,00	36,80	46,00	39,37	49,00	41,93	52,00	44,50	55,00	47,06	58,00	49,64	61,00	52,20	64,00	54,77
05	36,84	05	39,41	05	41,98	05	44,54	05	47,11	05	49,68	05	52,25	05	54,81
10	36,88	10	39,45	10	42,02	10	44,58	10	47,15	10	49,72	10	52,29	10	54,86
15	36,93	15	39,50	15	42,06	15	44,63	15	47,20	15	49,76	15	52,33	15	54,90
20	36,97	20	39,54	20	42,11	20	44,67	20	47,24	20	49,81	20	52,37	20	54,94
25	37,01	25	39,58	25	42,15	25	44,72	25	47,28	25	49,85	25	52,42	25	54,99
30	37,06	30	39,62	30	42,19	30	44,76	30	47,33	30	49,89	30	52,46	30	55,03
35	37,10	35	39,67	35	42,23	35	44,80	35	47,37	35	49,94	35	52,50	35	55,07
40	37,14	40	39,71	40	42,28	40	44,84	40	47,41	40	49,98	40	52,55	40	55,11
45	37,18	45	39,75	45	42,32	45	44,89	45	47,45	45	50,02	45	52,59	45	55,16
50	37,23	50	39,79	50	42,36	50	44,93	50	47,50	50	50,06	50	52,63	50	55,20
55	37,27	55	39,84	55	42,40	55	44,97	55	47,54	55	50,11	55	52,67	55	55,24
60	37,31	60	39,88	60	42,45	60	45,02	60	47,58	60	50,15	60	52,72	60	55,28
65	37,36	65	39,92	65	42,49	65	45,06	65	47,63	65	50,19	65	52,76	65	55,33
70	37,40	70	39,97	70	42,53	70	45,10	70	47,67	70	50,24	70	52,80	70	55,37
75	37,44	75	40,01	75	42,58	75	45,14	75	47,71	75	50,28	75	52,85	75	55,41
80	37,48	80	40,05	80	42,62	80	45,19	80	47,75	80	50,32	80	52,89	80	55,46
85	37,53	85	40,09	85	42,66	85	45,23	85	47,80	85	50,36	85	52,93	85	55,50
90	37,57	90	40,14	90	42,70	90	45,27	90	47,84	90	50,41	90	52,97	90	55,54
95	37,61	95	40,18	95	42,75	95	45,31	95	47,88	95	50,45	95	53,02	95	55,58
44,00	37,66	47,00	40,22	50,00	42,79	53,00	45,36	56,00	47,92	59,00	50,49	62,00	53,06	65,00	55,63
05	37,70	05	40,27	05	42,83	05	45,40	05	47,97	05	50,53	05	53,10	05	55,67
10	37,74	10	40,31	10	42,88	10	45,44	10	48,01	10	50,58	10	53,15	10	55,71
15	37,78	15	40,35	15	42,92	15	45,49	15	48,05	15	50,62	15	53,19	15	55,76
20	37,83	20	40,39	20	42,96	20	45,53	20	48,10	20	50,66	20	53,23	20	55,80
25	37,87	25	40,44	25	43,00	25	45,57	25	48,14	25	50,71	25	53,27	25	55,84
30	37,91	30	40,48	30	43,05	30	45,61	30	48,18	30	50,75	30	53,32	30	55,88
35	37,95	35	40,52	35	43,09	35	45,66	35	48,22	35	50,79	35	53,36	35	55,93
40	38,00	40	40,56	40	43,13	40	45,70	40	48,27	40	50,83	40	53,40	40	55,97
45	38,04	45	40,61	45	43,18	45	45,75	45	48,31	45	50,88	45	53,44	45	56,01
50	38,08	50	40,65	50	43,22	50	45,79	50	48,35	50	50,92	50	53,49	50	56,05
55	38,13	55	40,69	55	43,26	55	45,83	55	48,40	55	50,96	55	53,53	55	56,10
60	38,17	60	40,74	60	43,30	60	45,87	60	48,44	60	51,01	60	53,57	60	56,14
65	38,21	65	40,78	65	43,35	65	45,91	65	48,48	65	51,05	65	53,62	65	56,18
70	38,25	70	40,82	70	43,39	70	45,96	70	48,52	70	51,09	70	53,66	70	56,23
75	38,30	75	40,86	75	43,43	75	46,00	75	48,57	75	51,13	75	53,70	75	56,27
80	38,34	80	40,91	80	43,47	80	46,04	80	48,61	80	51,18	80	53,74	80	56,31
85	38,38	85	40,95	85	43,52	85	46,08	85	48,65	85	51,22	85	53,79	85	56,36
90	38,43	90	40,99	90	43,56	90	46,13	90	48,70	90	51,26	90	53,83	90	56,40
95	38,47	95	41,04	95	43,60	95	46,17	95	48,74	95	51,31	95	53,87	95	56,44
45,00	38,51	48,00	41,08	51,00	43,65	54,00	46,21	57,00	48,78	60,00	51,35	63,00	53,92	66,00	56,48
05	38,55	05	41,12	05	43,69	05	46,26	05	48,82	05	51,39	05	53,96	05	56,53
10	38,60	10	41,16	10	43,73	10	46,30	10	48,87	10	51,43	10	54,00	10	56,57
15	38,64	15	41,21	15	43,77	15	46,34	15	48,91	15	51,48	15	54,04	15	56,61
20	38,68	20	41,25	20	43,82	20	46,38	20	48,95	20	51,52	20	54,08	20	56,65
25	38,72	25	41,29	25	43,86	25	46,43	25	48,99	25	51,56	25	54,13	25	56,70
30	38,77	30	41,34	30	43,90	30	46,47	30	49,04	30	51,60	30	54,17	30	56,74
35	38,81	35	41,38	35	43,95	35	46,51	35	49,08	35	51,65	35	54,21	35	56,78
40	38,85	40	41,42	40	43,99	40	46,56	40	49,12	40	51,69	40	54,26	40	56,83
45	38,90	45	41,46	45	44,03	45	46,60	45	49,17	45	51,73	45	54,30	45	56,87
50	38,94	50	41,51	50	44,07	50	46,64	50	49,21	50	51,78	50	54,34	50	56,91
55	38,98	55	41,55	55	44,12	55	46,68	55	49,25	55	51,82	55	54,39	55	56,95
60	39,02	60	41,59	60	44,16	60	46,73	60	49,29	60	51,86	60	54,43	60	57,00
65	39,07	65	41,63	65	44,20	65	46,77	65	49,34	65	51,90	65	54,47	65	57,04
70	39,11	70	41,68	70	44,24	70	46,81	70	49,38	70	51,95	70	54,51	70	57,08
75	39,15	75	41,72	75	44,29	75	46,86	75	49,42	75	51,99	75	54,56	75	57,12
80	39,20	80	41,76	80	44,33	80	46,90	80	49,47	80	52,03	80	54,60	80	57,17
85	39,24	85	41,80	85	44,37	85	46,94	85	49,51	85	52,08	85	54,64	85	57,21
90	39,28	90	41,85	90	44,42	90	46,98	90	49,55	90	52,12	90	54,69	90	57,25
95	39,32	95	41,89	95	44,46	95	47,02	95	49,59	95	52,16	95	54,73	95	57,30
46,00	39,37	49,00	41,93	52,00	44,50	55,00	47,06	58,00	49,64	61,00	52,20	64,00	54,77	67,00	57,34

W. G. G. G. G.

SE
1

Verkaufsvereinigung für Teererzeugnisse
Essen

21

Anthracenrückstände
Untersuchungs-
vorschriften
1932

ra-
7
1
6
0
4
9
3
7
1
3
0
4
3
3
7

ANTHRACENRÜCKSTÄNDE

1. Wasser

Der Wassergehalt wird nach der für präp. Teer vorgeschriebenen Arbeitsweise (s. Blatt 12) bestimmt.

2. Xylolunlösliches

100 g Rückstände werden in einem Kolben auf dem Wasserbade in 300 cm³ Xylol gelöst. Die Bestimmung wird nach der für Naphthalin angegebenen Vorschrift (s. Blatt 18) ausgeführt.

W. Gatzel, Essen

22

Untersuchungsvorschriften für PYRIDINBASEN

1. Farbe

(Prüfverfahren für Alten Test)

Die Farbe der Pyridinbasen soll nicht dunkler sein als die einer frisch bereiteten Jodlösung, die 2 cm³ 1/10 n Jodlösung in 1000 cm³ destilliertem Wasser gelöst enthält.

Zur Prüfung sind 2 Glasröhren von 150 mm Länge und 15 mm lichter Weite zu verwenden, die auf beiden Seiten durch runde Glasplatten verschlossen werden. Festgehalten werden die Glasplatten durch aufzusetzende Schraubenkapseln, die in der Mitte eine Öffnung von 12 mm Durchmesser haben. Es ist darauf zu achten, daß bei dem Verschließen der mit den Flüssigkeiten gefüllten Röhren keine Luftblasen unter den Glasplatten zurückbleiben.

Maßgebend für die Beurteilung sind nur die Helligkeitswerte, die die Flüssigkeiten zeigen, wenn man sie durch die Glasplatten gegen das in der Längsachse der Röhren einfallende Licht betrachtet.

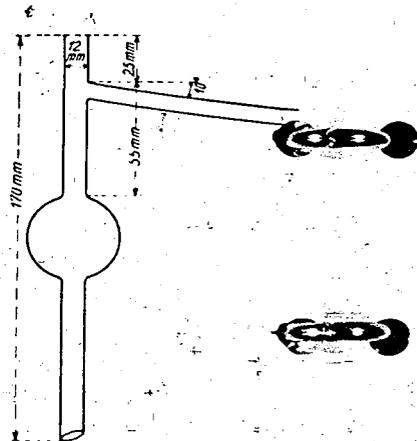
2. Verhalten gegen Cadmiumchlorid (Prüfverfahren für Alten Test)

10 cm³ Pyridinbasen werden mit destilliertem Wasser auf 1000 cm³ verdünnt. Von dieser Lösung werden 10 cm³ mit 5 cm³ einer Lösung von 5 g wasserfreiem, geschmolzenem Cadmiumchlorid in 100 cm³ destilliertem Wasser versetzt und genau 10 Minuten lang kräftig geschüttelt. Das Gemisch wird dann auf ein gewogenes Filter von 9 cm Durchmesser und 0,45 bis 0,55 g Gewicht gebracht und der Filterrückstand ohne vorheriges Auswaschen auf einer Unterlage von Filterpapier 1 Stunde bei 50—70° getrocknet. Die Menge der kristallinen Ausscheidung soll mindestens 25 mg betragen.

3. Siedeanalyse

Prüfgeräte:
Kupferkolben mit kurzem Hals, Rauminhalt 180 bis 200 cm³,
Asbestplatte mit kreisförmigem Ausschnitt, dessen Durchmesser etwa 2/3 des Kolbendurchmessers beträgt.

Dreifuß,
Siedeaufsatz gemäß Abbildung,
Stabthermometer von 4—5 mm Durchmesser mit $1/1^\circ$ Teilung von 25° bis 200° , Gesamtlänge etwa 150 mm, dessen Teilpunkt 180° rund 80—90 mm über dem unteren Ende der Quecksilberkugel liegt.
Meßzylinder 100 E DENOG 52,
Liebigkühler B 400 DENOG 31,
Gekrümmter Vorstoß 28 DENOG 46,
Stativ mit Kühlerklemme,
Heizvorrichtung,
Gummischläuche für Gas und Wasser,
Korkstopfen mit Bohrung für die Verbindung des Siedeaufsatzes mit dem Kupferkolben und des Thermometers mit dem Siedeaufsatz,
Gummistopfen mit Bohrung für die Verbindung des Siedeaufsatzes und Vorstoßes mit dem Kühler,
Pipette 100 cm³.



Das Thermometer ist in den Siedeaufsatz so einzusetzen, daß sich das Quecksilbergefaß in der Mitte der kugelförmigen Erweiterung des Siedeaufsatzes befindet und der Temperaturgrad 180° noch innerhalb des Siedeaufsatzes abgelesen werden kann.

100 cm³ Pyridinbasen werden mit einer Pipette abgemessen und in den Kupferkolben gebracht.

Der Siedeverlauf ist so zu leiten, daß in der Minute etwa 5 cm³ übergehen. Die Wärmezufuhr wird unterbrochen, wenn die vorgeschriebene Temperatur erreicht ist. Man wartet, bis keine Flüssigkeit mehr abtropft, und liest die erhaltene Destillatmenge ab; erst dann ist das Übertreiben fortzusetzen.

Die angegebenen Siedegrenzen gelten für einen Luftdruck von 760 mm. Für je 30 mm Abweichung ist ein Celsiusgrad anzurechnen. Wenn z. B. nach der Vorschrift bei 760 mm Luftdruck bis 140° eine bestimmte Menge übergegangen sein soll, muß die gleiche Menge bei 730 mm Luftdruck bis 139° und bei 775 mm Luftdruck bis $140,5^\circ$ übergehen.

4. Mischbarkeit mit Wasser

Die Mischung von 30 cm³ Pyridinbasen mit 60 cm³ destilliertem Wasser soll nach dem Schütteln eine klare oder nur schwach getrübbte Lösung ergeben.

5. Wassergehalt

40 cm³ Pyridinbasen und 40 cm³ Natronlauge von 1,40 Dichte werden mittels einer Pipette in einen in $1/3$ cm³ geteilten, mit eingeschlifftem Glasstopfen versehenen Standzylinder gebracht und durchgeschüttelt. Nach dem Absetzen soll die obere Schicht mindestens 37 cm³ betragen.

6. Titration

10 cm³ Pyridinbasen werden in einen 100-cm³-Meßkolben (Meßkolben 100 E DENOG 48) gegeben, der etwa zur Hälfte bis drei Viertel mit destilliertem Wasser gefüllt ist. Die Mischung wird umgeschwenkt, mit destilliertem Wasser auf 100 cm³ aufgefüllt und gut durchgeschüttelt. Von dieser Mischung werden 10 cm³ mit 1 n-Schwefelsäure titriert, bis ein Tropfen der Mischung auf Kongopapier einen deutlichen blauen Rand hervorruft.

Zur Herstellung des Kongopapiers wird Filterpapier durch eine Lösung von 1 g Kongorot in 1000 cm³ destilliertem Wasser gezogen und getrocknet. (Kongorot für Mikroskopierzwecke von Merck.)

7. Natrium-superoxydprüfung

20 cm³ Pyridinbasen werden in einem 100-cm³-Mischzylinder (Mischzylinder 100 E DENOG 51) mit 80 cm³ Vergällungsholzgeist*) gemischt. Dann werden 5 cm³ frisch bereitete Natrium-superoxydlösung (s. nächsten Absatz) zugefügt, und das Ganze wird gut durchgeschüttelt. Nachdem das Gemisch wenigstens 2 Stunden gestanden hat, wird seine Farbe in der unter 1. vorgeschriebenen Weise festgestellt. Sie soll nicht dunkler sein als die einer frisch bereiteten Mischung von 2 cm³ $1/10$ n-Jodlösung mit 1000 cm³ destilliertem Wasser.

Zur Herstellung der Natrium-superoxydlösung werden 5 g Natrium-superoxyd langsam unter öfterem Umschütteln in ein Kölbchen eingetragen, das 50 cm³ destilliertes Wasser enthält und in Eiswasser steht. Dann wird das Kölbchen mit der Lösung aus dem Kühlgefäß herausgenommen und unter der Wasserleitung so weit erwärmt, bis sich das ausgeschiedene Natrium-superoxydhydrat gelöst hat.

*) Der Holzgeist muß dem Test der Reichsmonopolverwaltung entsprechen oder von ihr geliefert sein.

AGE
51

23

TETRACARNIT

1. Wasser

Es wird ein Kohlensäure-Bestimmungsapparat nach Heißler & Erdmann benutzt. In das Kölbchen werden etwa 8 g fein gepulvertes Calciumcarbid von tadelloser Beschaffenheit eingeführt. In den Zulauftrichter werden etwa 10 g Pyridin genau eingewogen. Nachdem Pyridin-gewicht und Gesamtgewicht des Apparates festgestellt sind, läßt man unter guter Kühlung das Pyridin zum Calciumcarbid tropfen. Ist die Hauptreaktion vorbei, so wird 15 Minuten im Wasserbad auf 40 bis 50° erwärmt.

Nach erfolgtem Abkühlen wird der Apparat zurückgewogen. Der gewichtsmäßig festgestellte Verlust = dem entwickelten Acetylen wird auf Wasser umgerechnet.

2. Siedeanalyse

100 cm³ Tetracarnit werden in einem Englerkolben destilliert. Der Destillationsrückstand soll sich in der vierzigfachen Menge destillierten Wassers, wenn auch unter Trübung, lösen.

3. Permanganatprobe

In einem Schüttelzylinder von 50 cm³ Inhalt werden 10 cm³ Tetracarnit mit 10 cm³ destilliertem Wasser gemischt. Dann werden 10 cm³ 10%ige Sodalösung und 0,5 cm³ einhalbprozentige Kaliumpermanganatlösung hinzugegeben. Das Gemisch wird kräftig durchgeschüttelt. Die obere Basenschicht färbt sich rot. Es wird die Zeit in Minuten beobachtet, bis die rote Färbung verschwindet und einer gelblichen Färbung über orange Platz macht. Wenn der Endpunkt der Reaktion nach 5 Minuten infolge zweifelhafter Farbe nicht deutlich erkennbar ist, genügt ein kurzes Durchschütteln, um sich von dem Ausfall der Farbreaktion zu überzeugen.

Die zur Ausführung dieser Proben notwendigen Glasgeräte werden vorher mit Permanganat, verdünnter Schwefelsäure und destilliertem Wasser sorgfältig gereinigt.

Die Sodalösung ist vorher mit soviel Permanganat zu behandeln, daß eben noch eine leichte Rosafärbung eintritt, worauf sie filtriert wird.

AGE
51

24

PECHKOKS

1. Wasser

Pechkoks wird bis auf Erbsengröße zerkleinert, 100 g davon in einer Emailleschale von etwa 220 cm² Oberfläche abgewogen und im Trockenschrank bis zur Gewichtskonstanz bei 105° getrocknet. Man läßt im Exsikkator erkalten und wiegt zurück.

2. Asche

Auf Erbsengröße gebrachter und getrockneter Pechkoks wird im Achatmörser weiter zerkleinert, bis alles durch ein Sieb DIN 1171-Nr. 24 mit 576 Maschen je cm² hindurchgeht.

2 g der so vorbereiteten Probe werden in einem Porzellan- oder Quarzschälchen im elektrischen Muffelofen bei 950° verascht. (Dauer etwa 3 Stunden.) Nach dem Erkalten im Exsikkator wird die Asche gewogen.

Soll die Zusammensetzung der Asche ermittelt werden, so sind etwa 10 g Pechkokspulver zweckmäßig auf 5 Glühschälchen verteilt zu veraschen. Die Aschen werden vereinigt, gemischt und auf Eisenoxyd, Aluminium und Kieselsäure untersucht.

3. Flüchtige Bestandteile

Die Bestimmung wird in dem genormten Platintiegel (s. Blatt 11) ausgeführt. Man wiegt 1 g fein gepulverten (s. Aschenbestimmung) Pechkoks im Tiegel ab und erhitzt im elektrischen Muffelofen, der auf 950° vorgewärmt ist, genau zwei Minuten lang. Dann läßt man den Tiegel im Exsikkator erkalten und wiegt zurück. Der ermittelte Gewichtsverlust wird als Gehalt an flüchtigen Bestandteilen im Pechkoks angegeben.

4. Wasserlösliche Salze

Zweimal je 10 g getrocknetes Pechkokspulver werden mit etwa 250 cm³ destilliertem Wasser auf dem Wasserbade etwa 3 Stunden unter öfterem Umrühren ausgezogen; dann wird der Rückstand abgenutscht und mit heißem destilliertem Wasser mehrmals nachgewaschen. In dem einen Filtrat wird mit n/10 Silbernitrat (Indikator: Kaliumchromat) das Chlor bestimmt und auf Natriumchlorid umgerechnet, in dem anderen Filtrat werden Sulfate mit Bariumchlorid gefällt und auf Natriumsulfat umgerechnet.

W. Grawert, Essen

C. Typentafel

Erzeugnis	Typ	Untertyp	Bezeichnung	Spez. Gewicht bei 20° C	Erst- Punkt ° C	Siedegrenzen	Flamm- punkt ° C	Viskosität Englergrade	Stock- punkt ° C	Äußere Beschaffenheit	Prozentgehalt an:			Rückstand der	Satz- freiheit bei ° C	Verhalten gegen	Bemerkungen	siehe Blatt	
											Wasser	Ausscheidun- gen bzw. Naphthalin bei 15°	sauren Ölen						
Pech	A		Brikettpech										Verkokung: h. 45 % Veraschung: h. 0,5 %		Anilin und Pyridin: Un- löslich bei Gasteerpech h. 30%; Kokeriteerpech h. 25 %	Erweichungspunkt 60-75°; bei Lieferungen an das Kohlsyndikat: Erweichungspunkt 65-70° (Toleranz ± 5°)	1		
	B		Weichpech													Erweichungspunkt 40-60° oder nach DIN DVM 2138 (Kiebbmasse)	1		
	C		Hartpech													Erweichungspunkt über 75°	1		
Präp. Teere	A	1	Dachlack									h. 1 %					Gemisch aus Pech und Öl ohne besondere Be- dingungen oder nach DIN DVM 2136 (Dachanstrichstoffe)	2	
		2	Dest. Teer									h. 1 %						2	
	B		Stahlwerksteer									h. 0,3 %					Zusammensetzung nach Vereinbarung	2	
	C		Straßenteer														Besondere Vorschrift	2	
Öle 1	A		Heiz- und Treiböle:															3	
		1	Heizöl	1,02 - 1,00 ^{1,10}		bis 270° m. 13%	m. 65°					h. 0,5 %		Verkokung: h. 3 % Veraschung: h. 0,05 %	0°/3 h.	Xylol: h. 0,2 % unlöslich	Unterer Heizwert etwa 9000 W.E.	3	
		2	Heizöl TGK.	1,02 - 1,08		bis 270° m. 13%	m. 65°					h. 0,5 %		Verkokung: h. 3 % Veraschung: h. 0,05 %	7°/24 h.	Xylol: h. 0,2 % unlöslich	Unterer Heizwert etwa 9000 W.E.	3	
		3	Heizöl DRP.-301651	h. 1,08			m. 65°					h. 0,5 %		Verkokung: h. 3 % Veraschung: h. 0,02 %	7°/24 h.	Xylol: h. 0,2 % unlöslich	Chlor: h. 0,02%; Schwefel: h. 1%; unterer Heizwert etwa 9000 W.E.	3	
		4	Marine-Heizöl	1,00 - 1,12			m. 75°	bei 20° 1,5 bis 2,5				h. 1 %		Verkokung: h. 3 % Veraschung: h. 0,05 %	8°/3 h.		Schwefel etwa 0,8%, oberer Heizwert etwa 9300 W.E., unterer Heizwert etwa 9000 W.E.	3	
		5	Marine-Heizölmischung	m. 1,00			m. 75°	bei 20° h. 8				h. 1 %			8°/2 h.	Xylol: h. 4 % unlöslich	m. 8500 W.E.; frei von mechan. Verunrein- igungen. Nach besonderer Vorschrift mit Pech gestreckt	3	
		6	Heizteer	1,10 - 1,16			m. 65°	bei 20° im Stra- ßenteer-Konsisto- meter weniger als 4 Sek.				h. 1 %		Veraschung: h. 0,3 %	0°/3 h.		Der Heizteer muß blank sein	3	
		7	Treiböl	1,02 - 1,08		bis 300° m. 60%	m. 65°					h. 0,5 %		Verkokung: h. 3 % Veraschung: h. 0,02 %	0°/24 h.	Xylol: h. 0,2 % unlöslich	Chlor: h. 0,01%; Schwefel: h. 1%; unterer Heiz- wert etwa 9000 W.E.	3	
		B		Imprägnieröle:															3
			1	Deutsche Reichsbahn	1,04 - 1,15		bis 150° h. 3 % " 200° h. 10 % " 235° h. 20 %					h. 1 %		m. 3 %	30°	Benzol: Spuren unlöslich (Tupfprobe)	Reines Steinkohlenteeröl	3	
			2	Belgien	1,05 - 1,10		bis 200° h. 0 % " 250° h. 33 %				Farbe grünlich	h. 1 %	m. 15 %					Reines Steinkohlenteeröl	3
			3	Frankreich	1,02 - 1,10		bis 150° h. 0,5 % " 200° h. 4 % " 235° h. 40 %				Farbe grünlich	h. 1 %	m. 7 % h. 20 %	m. 3 % h. 12 %	40°	Benzol: h. 0,2 % unlöslich	Reines Steinkohlenteeröl	3	
			4	P.L.M.	1,015 - 1,06							h. 1 %	Spuren	m. 6 %	40°	Benzol: klarlöslich	Reines Steinkohlenteeröl	3	
		5	Rumänien	1,04 - 1,15		bis 150° h. 3 % " 200° h. 15 % " 235° h. 30 %					frei		m. 6 %	40°	Benzol: Tupfprobe klar		3		

Erzeugnis	Typ	Untertyp	Bezeichnung	Spez. Gewicht bei 20° C	Erst-Punkt ° C	Siedegrenzen	Flamm-punkt ° C	Viskosität Englergrade	Stock-punkt ° C	Äußere Beschaffenheit	Prozentgehalt an:		Rückstand der	Satz-freiheit bei ° C	Verhalten gegen	Bemerkungen	siehe Blatt			
											Wasser	Ausscheidun-gen bzw. Naphthalin bei 15°						sauren Ölen		
Öle I (Fortsetzung)		6	Schweden	1,04-1,15		bis 150° h. 3% " 200° h. 15% " 235° h. 30%						m. 3%		40°	Benzol: Spuren unlöslich, Tupfprobe klar	Reines Steinkohlenteeröl Satzfreiheit: Sondervorschrift (Blatt 15)	3			
		7	Norwegen	1,04-1,15 mögl. 1,07		bis 150° h. 3 Vol. % " 250° h. 30 Gew. %					h. 2%		m. 5% h. 10%	40°	Benzol: Spuren unlöslich	Satzfreiheit: Sondervorschrift (Blatt 15)	3			
		8	Holland	1,04-1,08		bis 180° h. 2% " 200° h. 7% " 250° h. 30%					h. 1%		m. 10%	15°		Reines Steinkohlenteeröl; in Kopfholz muß es völlig eindringen	3			
		9	Prinz-Heinrich-Bahn	1,08		Siedebeginn bei 203°							m. 10%	m. 10%	40°	Benzol: klarlöslich	Reines Steinkohlenteeröl	3		
		10	Schweiz, Dänemark, Italien	1,04-1,10		bis 150° h. 3% " 200° h. 10% " 235° h. 25%					h. 1%			m. 6%	40°	Benzol: Spuren unlöslich (Tupfprobe). Italien: h. 0,5%, unlöslich		3		
		11	Amerikaöl	1,05-1,10		bis 210° h. 5% " 235° h. 25% über 355° n. mehr als 20%					h. 1%				15°		Reines Steinkohlenteeröl; Siedeanalyse und Ausscheidungen bei 8°: Sondervorschrift (Blatt 17)	3		
		12	Finnland	1,04-1,10		bis 150° h. 3% " 235° h. 35%								m. 6%	21°	Benzol: klarlöslich, Tupfprobe klar	Reines Steinkohlenteeröl; frei v. Verunreinigungen. Satzfreiheit: Sondervorschrift (Blatt 15)	3		
		13	Lettland, Litauen	1,015-1,07 bei 38°		bis 205° h. 7% " 230° h. 40% " 315° h. 78%					h. 2%			m. 5% h. 16%	32°/2 h.	Benzol: h. 0,4%, unlöslich	Reines Steinkohlenteeröl; muß bei 38° ganz flüssig werden	3		
				C	Karbolöle:														3	
				1	Karbolöl			bis 190° m. 25% " 200° m. 50% " 215° m. 90%												3
				2	Kreosotöl	1,02-1,07						h. 1%				15°			3	
				3	Rohe Handels-Karbol-säure	1,0-1,05		bis 300° m. 90%				gummibraun bis braungrün h. 1%	h. 10% bei 15°	15-60% n. Auftr.	15	Tupfprobe klar		3		
				D	Kalkstickstofföl				m. 110°			h. 1%		h. 8%					3	
Öle II Benzolwaschöle		A	80prozentiges			bis 200° h. 10% " 300° m. 80%				h. 1%	h. 10% bei Destillation					Naphthalinbestimmung bei 0°	4			
		B	90prozentiges			bis 200° h. 10% " 300° m. 90%				h. 1%	h. 10% bei Destillation					Naphthalinbestimmung bei 0°	4			
		C	Solvay-Öl			bis 210° h. 1% " 300° m. 90%				h. 1%				0°/¼ h.		Destillat zwischen 210° und 300° möglichst gleichmäßig verteilt	4			
Öle III Schwere Öle		A	Anthracenöl	1,08-1,12						h. 1%				15°			5			
		B	Karbolineum	1,08-1,12		bis 250° h. 10%	m. 100°			h. 1%		h. 10%		15°	Reinbenzol: Spuren unlöslich	Auf Wunsch mit Teererzeugnissen gefärbt	5			
		C	Naphthalinwaschöl	m. 1,10		bis 200° h. 2% 200° " 270° h. 8%										Nach Auftrag mit 4% Benzolzusatz Siedeanalyse: Sondervorschrift (Blatt 15)	5			
		D	Avenarin	m. 1,12		bis 270° h. 0,5% " 300° h. 15%								beigewöhnlich. Temp.				5		
Öle IV Teerfettöle		A	Teerfettöl I							bei 50°=1,2-1,6				0°	Mineralöl: löslich		6			
		B	Teerfettöl II				m. 110°			bei 50°=1,8-2,2	h. - 10°			0°	Mineralöl: löslich		6			
		C	Teerfettöl II TGK				m. 110°			bei 50°=1,8-2,2	h. - 10°			- 7°/24 h.	Mineralöl: löslich		6			
		D	Eisenb.-Teerfettöl				m. 110°			bei 50° m. 2,0	h. - 10°			0°/2 h.	Mineralöl: löslich	Satzfreiheit: Sondervorschrift (Blatt 15)	6			

—

Organische Metallreagenzien

E. MERCK · DARMSTADT

Hauptlaboratorium der
Ruhröl G.m.b.H. Hugo Stinnes Werke

**Organische
Metallreagenzien
»Merck«**

E. MERCK · DARMSTADT

**Hauptlaboratorium der
Ruhröl G.m.b.H. Hugo Stinnes Werke**

I N H A L T

Allgemeines 5

Die einzelnen Reagenzien und ihre Anwendung.

Aluminium	9
Antimon	11
Barium	12
Beryllium	12
Blei	13
Cadmium	15
Calcium	17
Cer	17
Chrom	17
Eisen	18
Gallium	21
Gold	22
Kalium	23
Kobalt	23
Kupfer	25
Magnesium	28
Mangan	30
Molybdän	31
Natrium	31
Nickel	32
Niob	33
Osmium	34
Palladium	34
Quecksilber	35
Ruthenium	36
Selen	37

Silber	37
Tantal	38
Tellur	38
Thallium	39
Thorium	39
Titan	40
Uran	41
Vanadin	42
Wismut	43
Wolfram	46
Zink	46
Zinn	48
Zirkon	49
Organische Metallreagenzien Merck	51

Organische Metallreagenzien

Organische Verbindungen erfreuen sich neuerdings als Metallreagenzien in der qualitativen wie in der quantitativen Analyse wachsender Beliebtheit.

Die Gründe hierfür sind verschiedener Art. Einer ihrer wesentlichsten Vorteile liegt in der meist hohen Selektivität, in der sie vielen anorganischen Reagenzien zweifellos überlegen sind. Zwar gibt es auch unter ihnen, was schon in diesem Zusammenhang ausdrücklich erwähnt sei, kaum absolut spezifische, also solche, die eindeutig, d. h. auf ein einziges Metall, ansprechen. Es können vielmehr auch hier von einem Reagens vielfach zwei, drei oder noch mehr Metalle erfaßt werden. Trotzdem bedeutet dies für ihre Anwendung keinen wesentlichen Hinderungsgrund, da es in vielen Fällen durch Einhalten bestimmter Arbeitsbedingungen mühelos gelingt, den Einfluß störender Begleitmetalle weitgehend auszuschalten, sie zu „maskieren“, wie der Fachausdruck lautet.

Als weiterer wichtiger Vorzug ist die überaus hohe Empfindlichkeit zu nennen, mit der zahlreiche dieser Reagenzien auf die nachzuweisenden Metallionen ansprechen. So lassen sich, um nur einige Beispiele anzuführen, winzige Spuren Nickel mit α -Benzildioxim noch in einer Verdünnung von 1:5 000 000, Aluminium mit Morin in einer Verdünnung von 1:10 000 000, Palladium

Hauptlaboratorium der
Ruhröl G. m. b. H. Hugo Stinnes Werke

mit p-Dimethylaminobenzylidenrhodanin sogar noch in einer Verdünnung von 1:12 500 000 nachweisen. Von größenordnungsmäßig ähnlicher Empfindlichkeit sind weiterhin z. B. der Silbernachweis mit letzterem Reagens (1:2 500 000), der Kupfernachweis mit Rubeanwasserstoffsäure (1:2 500 000), der Bleinachweis mit Dithizon (1:1 250 000), die Eisenreaktion mit α, α' -Dipyridyl (1:1 600 000). Wenn auch zuzugeben ist, daß es sich bei den soeben genannten Beispielen um besonders empfindliche Reaktionen handelt, so liegt doch tatsächlich bei nahezu allen gebräuchlichen organischen Reagenzien die sogenannte „Grenzkonzentration“ ungewöhnlich niedrig. Unter Grenzkonzentration versteht man die maximale Verdünnung, bei der für eine bestimmte Menge „Stoff“ noch eine eben erkennbare Reaktion eintritt. Sie liegt bei der Mehrzahl der gebräuchlichen organischen Metallreagenzien größenordnungsmäßig zwischen 1:100 000 und 1:10 000 000; sie vermag damit auch hohen analytischen Ansprüchen zu genügen.

Organische Metallniederschläge, die zur quantitativen Bestimmung dienen, können vielfach nach dem Abfiltrieren und Trocknen ohne weiteres in der Abscheidungsform ausgewogen werden, wie dies am Beispiel des Nickel-dimethylglyoxims bekannt sein dürfte. Bei gleichzeitiger Anwesenheit mehrerer Metalle erübrigen sich wegen der hohen Selektivität organischer Reagenzien umständliche und langwierige Trennverfahren oder sind doch wenigstens nur selten erforderlich. Die Vereinfachungen der Arbeitsweise bringen eine erhebliche Zeit- und Arbeitersparnis mit sich, ein Gesichtspunkt, dem besonders in der Praxis große Bedeutung zukommt. — Daß der häufig schwere organische Rest einer solchen Fällung bei direkter Auswaage überdies einen günstigen Berechnungs-

faktor und damit erhöhte Genauigkeit bedingt, möge in diesem Zusammenhang gleichfalls hervorgehoben werden. Dieser Vorzug gestattet es, von einer Reihe von Fällungen mit gutem Erfolg bei gravimetrischen Mikrobestimmungen Gebrauch zu machen.

Einige der Reagenzien ergeben mit bestimmten Metallen charakteristische, starke Färbungen, auf denen sich eine Anzahl wertvoller colorimetrischer Verfahren aufbaut. Auch die entstehenden Niederschläge sind oftmals kräftig und charakteristisch gefärbt. Dieser Tatsache verdanken viele organische Metallreagenzien ihre hervorragende Eignung zur sogenannten Tüpfelanalyse, deren Technik sowohl hohe Empfindlichkeit, als auch eine möglichst deutliche Erkennbarkeit der eintretenden Reaktion verlangt. Gerade in der Anwendungsform als Tüpfelreagenzien erlauben sie vielfach noch winzigste Spuren nachzuweisen, deren Erkennung sonst nur mit Hilfe feinsten physikalischer Verfahren möglich wäre.

Die folgenden Abschnitte sollen dazu dienen, einen kurzen Überblick über die wichtigeren organischen Metallreagenzien, über das Gebiet und die ungefähre Art ihrer Anwendung zu geben. Dem vorwiegenden Bedürfnis der Praxis entsprechend, ist hierbei eine Anordnung des Stoffes nach „Metallen“ gewählt worden, sodaß unmittelbar zu ersehen ist, welche verschiedenen Reagenzien für ein bestimmtes analytisches Problem in Frage kommen.

Ich bin mir bewußt, daß gerade das vorliegende Gebiet sich zur Zeit in einer keinesfalls abgeschlossenen Entwicklung befindet, die noch manchen wertvollen Fortschritt erwarten läßt, dem auch meinerseits durch weiteren Ausbau meiner Reagenzienliste Rechnung getragen werden soll. Aber schon heute bieten die zahlreichen erprobten Spezialreagenzien dem Analytiker so mannigfache

Vorteile und Erleichterungen, daß eine allgemeinere Anwendung dieser eleganten Verfahren nur empfohlen werden kann.

Bei der großen Zahl einschlägiger Literaturstellen erschien es erforderlich, die Schrifttumsangaben bei den einzelnen Reaktionen auf eine bestimmte Auswahl zu beschränken. Diese Auswahl ist in der Weise getroffen, daß jeweils nur grundlegende und eingehende Arbeiten berücksichtigt wurden, die eine Orientierung über das Wesen der Reaktion und über die genaue Arbeitsweise ermöglichen. Literatur über Spezialfragen und über die Anwendung der Reagenzien in Sonderfällen wurde im allgemeinen nicht aufgenommen. Unter der wiederholt vorkommenden Angabe: Prodinge, „Organische Fällungsmittel“ ist das Werk W. Prodinge, „Organische Fällungsmittel in der quantitativen Analyse“ (1937) (XXXVII. Band der Sammlung W. Böttger, „Die chemische Analyse“, Ferdinand Enke, Stuttgart), unter der Angabe: Feigl, „Tüpfelreaktionen“ das Werk F. Feigl, „Qualitative Analyse mit Hilfe von Tüpfelreaktionen“, Akademische Verlagsgesellschaft, 3. Aufl., Leipzig (1938), zu verstehen.

Es ist mir leider nicht möglich, Sonderabdrucke oder Auszüge der in den folgenden Abschnitten erwähnten Veröffentlichungen zur Verfügung zu stellen. Ich verweise auf die einschlägigen Werke, z. B. auf die Bücher von Prodinge und Feigl, die ausführliche Arbeitsmethoden enthalten, sowie auf die angeführten Literaturstellen der Fachzeitschriften. Bei außerdeutschen Zeitschriften ist wegen ihrer schwereren Zugänglichkeit auch das entsprechende Referat im Chemischen Zentralblatt als Literaturhinweis aufgenommen worden.

Die einzelnen Reagenzien und ihre Anwendung

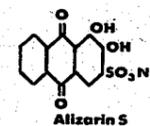
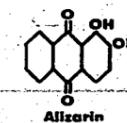
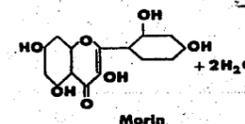
Aluminium

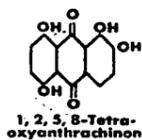
Als qualitative Nachweismöglichkeit ist zunächst die charakteristische und kräftige grüne Fluoreszenz zu erwähnen, die Aluminiumsalze in neutraler oder essigsaurer Lösung mit dem Farbstoff **Morin** ergeben. Die äußerst empfindliche Probe ist auch für den Mikronachweis bestens geeignet. Bei zweckmäßiger Ausführung werden ihre Erfassungsgrenze mit 0,005 γ Aluminium, die zugehörige Grenzkonzentration mit 1:10 000 000 angegeben.

Literatur: Z. analyt. Chem. 7, 195 (1868); 76, 438 (1929). — Mikrochemie 2, 174 (1924). — Feigl, „Tüpfelreaktionen“.

Weitere Farbreagenzien sind **Alizarin** bzw. **Alizarin S** (das Natriumsalz der Alizarinsulfosäure). Sie liefern mit Salzen des Aluminiums (ebenso des Zirkons, siehe dieses) in ammoniakalischer Lösung einen roten, in Essigsäure beständigen Farblack. Erdalkali-, Magnesium- und Zinksalze stören nicht, dagegen ergibt eine Reihe von Schwermetallen ähnliche Farbreaktionen wie Aluminium, so daß u. U. eine Vortrennung erforderlich ist. Die Proben können vorteilhaft als Tüpfelreaktionen ausgeführt werden.

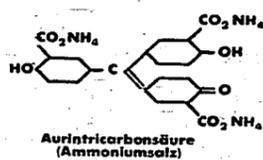
Literatur: Z. analyt. Chem. 60, 1 (1921); 76, 438 (1929). — Mikrochemie 7, 213 (1929). — Feigl, „Tüpfelreaktionen“.





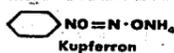
Als sehr empfindliches Reagens auf Aluminium (bei anderen Arbeitsbedingungen auch auf Magnesium und Beryllium, siehe diese) ist das **1,2,5,8-Tetraoxyanthrachinon (Chinalizarin)** zu nennen, das einen in essigsaurer Lösung beständigen rötlichen Farblack bildet, der noch Aluminiummengen bis herunter zu Hundertstel- γ zu erfassen gestattet. Ein besonderer Vorteil des Chinalizarins liegt in der Möglichkeit, diese kleinen Aluminiummengen auch in Gegenwart von viel Magnesium zu erkennen. Die Reaktion kann als Tüpfel- und als Reagensglasprobe ausgeführt werden.

Literatur: Chem. Weekbl. 24, 447 (1927) = Chem. Zbl. 1927, II, 2087. — Mikrochemie 11, 33 (1932). — Feigl, „Tüpfelreaktionen“.



Ein Farbreagens, das sowohl zum Nachweis des Aluminiums als auch zu seiner colorimetrischen Bestimmung dienen kann, liegt in der **Aurintricarbonsäure** bzw. ihrem Ammoniumsalz („**Aluminon**“) vor. In acetatpufferter Lösung entsteht je nach der Aluminiummenge eine Rotfärbung oder ein roter Niederschlag. Zum Unterschied von anderen Metallen bleibt bei Aluminium auch auf Zusatz von Ammoniumkarbonat ein roter Farbton bestehen.

Literatur: J. Amer. chem. Soc. 47, 142 (1925); 49, 2395 (1927) [colorimetrische Bestimmung]; 55, 2437 (1933) [colorimetrische Bestimmung] = Chem. Zbl. 1925, I, 1639; 1928, I, 104; 1933, II, 1062.



Zur quantitativen Abscheidung eignen sich das sogenannte **Kupferron** (das Ammoniumsalz des Nitroso-phenylhydroxylamins) und vor allem das **8-Oxychinolin** („**Oxin**“). Trotzdem es sich bei beiden nicht um eigentlich selektive Reagenzien handelt, so stellt doch namentlich die Fällung mit Oxichinolin, das mit Aluminium einen grünlichgelben kristallinen Niederschlag mit nur 5,87% Aluminium ergibt, eine ungemein wertvolle Be-

stimmungsmöglichkeit dar. Die eigentliche Bestimmung kann durch Auswägen des Niederschlags oder maßanalytisch durch Titrieren des Oxichinolins erfolgen. Es ist damit auch die Möglichkeit gegeben, durch Auswägen erhaltene Analysenwerte nochmals titrimetrisch zu überprüfen. Durch Einhalten bestimmter Fällungsbedingungen lassen sich Trennungen, wie die von Eisen, Beryllium, Phosphorsäure und vielen anderen Begleitstoffen, mühelos durchführen.

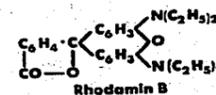
Literatur: (Kupferron) Bull. Soc. chim. Belgique 36, 277 = Chem. Zbl. 1927, II, 1056. — Prodinger, „Organische Fällungsmittel“. — (8-Oxychinolin) Z. analyt. Chem. 71, 369 (1927); 83, 345 (1931); 91, 188 (1933). — Berg, „Das o-Oxychinolin ‚Oxin‘“ (1935) (XXXIV. Band der Sammlung W. Böttger, „Die chemische Analyse“, Ferdinand Enke, Stuttgart).

Endlich kann auch **Tannin**, das mit Aluminiumhydroxyd eine Adsorptionsverbindung bildet, zur Abscheidung und Bestimmung des Aluminiums benutzt werden. Man wird sich nach Angaben des Schrifttums dieser Möglichkeit mit besonderem Vorteil bei der Trennung des Aluminiums von Beryllium bedienen.

Literatur: Mh. Chem. 48, 113 (1927). — Prodinger, „Organische Fällungsmittel“.

Antimon

Eine recht empfindliche Nachweisreaktion ist in dem Farbumschlag gefunden worden, den eine Lösung von **Rhodamin B** auf Zusatz von Antimon V-salzen erfährt. Die ursprünglich hellrote Färbung geht hierbei in Violett über, wobei sich gleichzeitig ein feinverteilter Niederschlag abscheidet. Die Probe kann vorteilhaft als Tüpfelreaktion ausgeführt werden; sie gestattet den Antimon-Nachweis selbst in Gegenwart eines großen



Zinnüberschusses. Erfassungsgrenze in diesem Fall: 0,5 γ Antimon neben der 12 400fachen Zinnmenge.

Literatur: Z. analyt. Chem. 70, 400 (1927).

Quantitative Antimonbestimmungen lassen sich mit **Pyrogallol** ausführen. Der entstehende Niederschlag wird nach dem Trocknen als solcher ausgewogen. Ein wichtiger Vorzug des Verfahrens ist dadurch gegeben, daß es die Antimonfällung auch in Gegenwart von Arsen mit guter Genauigkeit ermöglicht.

Literatur: Z. analyt. Chem. 64, 41 (1924). — Prodingen, „Organische Fällungsmittel“.



Pyrogallol

Barium

Barium reagiert mit **Natriumrhodizonat** unter Bildung einer rötlichen Fällung von rhodizonsaurem Barium. Diese Reaktion, die in analoger Art auch mit Strontium erhalten wird, findet einerseits als Tüpfelnachweis, vor allem aber zur Endpunktsanzeige bei der maßanalytischen Sulfatbestimmung Anwendung.

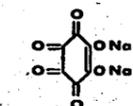
Literatur: Kolloid-Z. 35, 344 (1924). — Mikrochemie 2, 186 (1924). — Zur maßanalytischen Sulfatbestimmung: Z. analyt. Chem. 79, 1 (1930); 105, 346 (1936); 106, 385 (1936); 107, 18 (1936); 108, 8, 309 (1937).

Tetraoxychinon-dinatriumsalz (Sulfatreagens nach Schroeder, $C_6H_2O_6Na_2$) unterscheidet sich von dem vorigen Reagens nur durch den Mehrgehalt zweier Wasserstoffatome. Es zeigt gegen Barium das gleiche Verhalten.

Literatur: Ind. Engng. Chem., Analyt. Edit. 5, 403 (1933); 8, 127 (1936) = Chem. Zbl. 1934, I, 1357; 1936, I, 4946.

Beryllium

Beryllium kann mit dem bereits unter ‚Aluminium‘ genannten **1, 2, 5, 8-Tetraoxyanthrachinon** nachgewiesen



Natriumrhodizonat

werden, mit dem es in schwach alkalischer Lösung eine kornblumenblaue Färbung ergibt. Eine durch Magnesium entstehende, gleichfalls blaue Färbung kann nachträglich von der Berylliumfärbung unterschieden werden. Der Einfluß weiterer störender Metalle läßt sich durch einfache Kunstgriffe ausschalten. Die Reaktion, die als Tüpfelprobe ausgeführt werden kann, dürfte z. B. für die Gesteinsanalyse von Bedeutung sein. Nach Rienäcker können in Aufschlüssen von 0,1 g Silikat Berylliummengen bis zu 0,01% erkannt werden. In der Ausführungsweise als Tüpfelprobe genügen selbst Aufschlüsse mit einigen Milligrammen.

Literatur: Z. analyt. Chem. 73, 54 (1928); 88, 29 (1932) [Gesteinsanalyse]. — Mikrochemie 20, 57 (1936); 21, 268 (1936). — Feigl, „Tüpfelreaktionen“.

Aurintricarbonsäure erzeugt mit Beryllium, ähnlich wie mit Aluminium (siehe dort), einen roten Farblack.

Literatur: J. Amer. chem. Soc. 48, 2125 (1926) = Chem. Zbl. 1926, II, 1993.

Blei

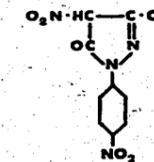
Zur Bestimmung von Blei stehen mehrere ausgezeichnete organische Fällungsreagenzien zur Verfügung. **Anthranilsäure** liefert einen gut kristallisierten und leicht filtrierbaren Niederschlag von Bleianthranilat, der sich auswägen oder — bei etwas geringeren Ansprüchen an Genauigkeit — auch maßanalytisch bestimmen läßt.

Literatur: Z. analyt. Chem. 101, 85 (1935). — Prodingen, „Organische Fällungsmittel“.

Eine ebenso zuverlässige Fällungsmöglichkeit bietet die **Pikrolonsäure**, mit der ein gelber, kristallisierter, leicht auswaschbarer und wägbarer Niederschlag von günstigem Umrechnungsverhältnis erhalten wird. Mit besonderem



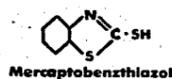
Anthranilsäure



Pikrolonsäure

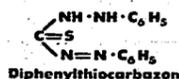
Vorteil bedient man sich dieser Fällung bei der gewichtsanalytischen Bestimmung kleinster Bleimengen. Allerdings erfordert sowohl die Anwendung der Anthranilsäure wie der Pikrolonsäure eine vorherige Trennung und Isolierung des Bleies.

Literatur: Z. analyt. Chem. 95, 152 (1933). — Prodingen, „Organische Fällungsmittel“.



Auch Mercaptobenzthiazol fällt in ammoniakalischer Lösung Blei quantitativ, und zwar in Form weißer, nadel-förmiger, wiederum unmittelbar auswägbarer Kristalle, die gleichfalls eine recht genaue Bestimmung ermöglichen. Hier müssen Kupfer, Cadmium, Wismut, Gold und Thallium zuvor entfernt werden.

Literatur: Z. analyt. Chem. 104, 88 (1936). — Prodingen, „Organische Fällungsmittel“.



Den qualitativen Nachweis des Bleies, vor allem aber auch eine ausgezeichnete colorimetrische Bestimmung kleiner Mengen ermöglicht das Reagens Diphenylthiocarbazon („Dithizon“). Seine qualitative Verwendbarkeit beruht auf dem Farbumschlag der grünen Tetrachlorkohlenstofflösung des Dithizons nach Rot beim Schütteln mit einem Tropfen der alkalischen Bleilösung. Es ist dies eine außerordentlich empfindliche Farb-reaktion, die überdies unter geeigneten Bedingungen für Blei spezifisch ist. Erfassungsgrenze bei Mikroausführung: 0,04 γ Blei bei einer Grenzkonzentration von 1:1250 000. Zur quantitativ-colorimetrischen Bestimmung läßt man Dithizon im Überschuß einwirken. Der nicht in Reaktion tretende Überschuß wird entfernt, die an Blei gebundene Dithizonmenge in Freiheit gesetzt und mit bekannten Farbstufen verglichen. Bei Anwendung cyanidhaltiger Lösungen ist die Bestimmung praktisch neben allen Metallen möglich.

14

Literatur: Angew. Chem. 46, 442 (1933); 47, 90, 685 (1934); 50, 919 (1937). — Mikrochemie 8, 319 (1930). — Ind. Engng. Chem., Analyt. Edit. 7, 265 (1935) = Chem. Zbl. 1936, I, 389. — Prodingen, „Organische Fällungsmittel“. — Feigl, „Tüpfelreaktionen“.

Als empfindlicher Bleinachweis kommt endlich auch die Bildung von Benzidinblau in Frage. Als Reagens dient Benzidin. Die Probe kann vorteilhaft als Tüpfelreaktion ausgeführt werden. Cer-, Mangan-, Wismut- und Thalliumsalze (siehe diese) wirken störend, der Bleinachweis kann jedoch in diesem Fall in einem alkalischen Auszug erfolgen.

Literatur: Z. analyt. Chem. 62, 369 (1923). — Feigl, „Tüpfelreaktionen“.



Cadmium

Mittels der schon erwähnten Anthranilsäure (siehe Blei), die mit Cadmium ebenfalls ein gut kristallisiertes Salz definierter Zusammensetzung bildet, ist sowohl eine gewichtsanalytische als auch eine maßanalytische Bestimmung möglich.

Literatur: Z. analyt. Chem. 91, 332 (1933). — Analyst 61, 395 (1936) = Chem. Zbl. 1936, II, 2182. — Prodingen, „Organische Fällungsmittel“.

Auch die Fällung durch Mercaptobenzthiazol (siehe Blei) ist zur gewichtsmäßigen Bestimmung vorgeschlagen worden.

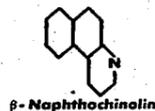
Literatur: Z. analyt. Chem. 102, 108 (1935). — Prodingen, „Organische Fällungsmittel“.

Eine quantitative, analytisch verwertbare Abscheidung des Cadmiums läßt sich weiterhin mit Hilfe der Chinaldinsäure erzielen. Der Niederschlag kann nach dem Trocknen als solcher ausgewogen werden. Bei dieser Fällungsmethode stören im wesentlichen die gleichfalls mit Chinaldinsäure reagierenden Metalle Kupfer und Zink.



15

Hauptlaboratorium der
Ruhröl G.m.b.H. Hugo Stinnes Werke



Literatur: Z. analyt. Chem. 95, 400 (1933). — Prodinge, „Organische Fällungsmittel“.

β -Naphthochinolin („Naphthin“) liefert in Gegenwart von Jodid-Ionen mit Cadmiumsalzen eine Fällung von cadmiumjodwasserstoffsäurem Naphthochinolin, das nach dem Abfiltrieren auf verschiedene Weise sehr genau titriert werden kann. Ein besonderer Vorteil dieser Abscheidungsform liegt in der Möglichkeit, Cadmium neben einer mehr als hundertfachen Menge Zink zu bestimmen.

Literatur: Ber. dtsh. chem. Ges. 60, 1664 (1927). — Prodinge, „Organische Fällungsmittel“.

Zum qualitativen Nachweis des Cadmiums, bei geeigneten Arbeitsbedingungen auch neben nicht zu großen Mengen Kupfer, Blei und Quecksilber, kann **Diphenylcarbazon** Verwendung finden. Das Reagens erzeugt in neutralen oder acetatgepufferten Cadmiumsalzlösungen eine violette Fällung oder Färbung. Die Probe ist zum Tüpfelnachweis geeignet.

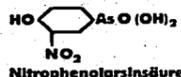
Literatur: Z. analyt. Chem. 62, 369 (1923). — Feigl, „Tüpfelreaktionen“.

Ein wertvolles Reagens für den Mikronachweis ist die **Nitrophenolarsinsäure**. Sie liefert Kristalle, die zu sehr charakteristischen Drusen oder Stachelkugeln vereinigt sind.

Literatur: Mikrochemie 8, 277 (1930).

Als empfindliches Farbreagens kann **Dithizon** (siehe Blei) Verwendung finden. Eine mit Cadmium entstehende Rotfärbung erlaubt bei geeigneten Reaktionsbedingungen den Nachweis neben vielen anderen Metallen. Besonders sei auf die Möglichkeit hingewiesen, Cadmium im Zink, und zwar nach Schriftumsangaben noch bei einem Gehalt von etwa $4 \cdot 10^{-3}\%$, nachzuweisen.

Literatur: Angew. Chem. 46, 442 (1933); 47, 685 (1934); 50, 919 (1937).



Calcium

Calcium reagiert mit der bereits unter ‚Blei‘ genannten **Pikrolonsäure** unter Bildung eines gelben kristallisierten und leicht filtrierbaren Niederschlags von Calciumpikrolonat, der zur Bestimmung des Calciums sehr geeignet ist. Die Fällung kann als solche ausgewogen werden. Der besonders niedrige Calciumgehalt von 5,6% legt die Anwendung des Verfahrens vor allem in der gravimetrischen Mikroanalyse nahe. Eine durch Bromwasser entstehende Rotfärbung gestattet überdies, sehr kleine Mengen Calciumpikrolonat recht genau colorimetrisch zu bestimmen.

Literatur: Z. analyt. Chem. 86, 98 (1931); 88, 417 (1932). — Biochem. Z. 265, 85 (1933) [colorimetrisch]. — Prodinge, „Organische Fällungsmittel“.

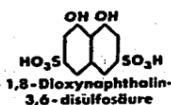
Cer

Von Cer wird **Benzidin** in gleicher Weise, wie dies bei ‚Blei‘ angegeben ist, in Benzidinblau übergeführt. Störungen durch einige andere, analog reagierende Metalle lassen sich hier in einfacher Weise ausschalten. Zweckmäßig ist die Tüpfelreaktion.

Literatur: Oesterr. Chemiker-Ztg. 22, 124 (1919). — Chemiker-Ztg. 44, 689 (1920). — Feigl, „Tüpfelreaktionen“.

Chrom

Chromate reagieren in saurer Lösung mit **Diphenylcarbazon** (siehe Cadmium) unter Bildung kräftig violett gefärbter Verbindungen. Das Entstehen dieser Färbung ermöglicht einen sehr empfindlichen Nachweis für Chromate, damit aber auch für alle anderen, leicht zu Chromat oxydierbaren Chromverbindungen.



Literatur: C. R. hebd. Séances Acad. Sci. 131, 346 (1900). — Bull. Soc. Chim. Paris [3] 23, 701 (1900) = Chem. Zbl. 1900, II, 645. — Mikrochemie 7, 213 (1929); Emich-Festschrift 125, (1930). — J. Amér. chem. Soc. 50, 2363 (1928) = Chem. Zbl. 1928, II, 2174. — Feigl, „Tüpfelreaktionen“.

Als weiteres Reagens auf Chromate sei die **1,8-Dioxy-naphthalin-3,6-disulfosäure (Chromotropsäure)** erwähnt die eine Rotfärbung erzeugt. Farbreaktionen mit anderen Metallen lassen sich zum Teil maskieren.

Literatur: Chemiker-Ztg. 35, 277 (1911).

Ein empfindlicher Tüpfelnachweis für Chrom III-salze beruht auf der Blaufärbung, die mit **Benzidin** und Wasserstoffsperoxyd bzw. **Benzidin** und Natriumsperoxyd erhalten wird. Störungen durch andere oxydierende Stoffe lassen sich zum Teil durch geeignete Arbeitstechnik ausschalten.

Literatur: Z. anorg. allg. Chem. 140, 320 (1924). — Mikrochemie 20, 244 (1936). — Feigl, „Tüpfelreaktionen“.

Eisen

Ein qualitativer Nachweis ist mittels einer Reihe von Farbreaktionen möglich, zu denen die folgenden Reagenzien Verwendung finden:



alpha, alpha'-Dipyridyl erzeugt in mineralaurer Lösung eine tiefrote Färbung, die durchweg auch durch andere Metalle nicht beeinträchtigt wird. Allerdings muß das Eisen in zweiwertiger Form vorliegen, was gegebenenfalls eine vorangehende Reduktion erforderlich macht. Empfindliche Tüpfelreaktion.

Literatur: Z. analyt. Chem. 86, 7 (1931); 90, 199 (1932). — Feigl, „Tüpfelreaktionen“.

In genau gleicher Weise reagiert das konstitutiv ähnliche **o-Phenanthrolin**. Es wird zweckmäßig in Form seines leicht löslichen Hydrochlorids angewendet.

Literatur: Ind. Engng. Chem., Analyt. Edit. 9, 67 (1937). — Chem. Zbl. 1937, II, 1279.

Die kräftigen Färbungen dieser beiden Reaktionen sind mit gutem Erfolg auch zur genauen colorimetrischen Bestimmung von Eisenspuren herangezogen worden. (Absolutcolorimetrie.)

Literatur: Ber. dtsh. chem. Ges. 70, 2491 (1937); 71, 756 (1938).

Ein weiteres empfehlenswertes Farbregens stellt die **1,2,5-Sulfosalicylsäure** dar, die mit dreiwertigem Eisen eine Violettfärbung liefert. Diese Färbung gestattet, wie die vorigen, nicht nur die qualitative Erkennung von Eisenspuren, sondern bei geeigneter Meßtechnik auch ihre quantitativ-colorimetrische Bestimmung.

Literatur: Helv. chim. Acta 12, 829 (1929) = Z. analyt. Chem. 82, 180 (1930). — Z. anorg. allg. Chem. 215, 81 (1933). — Ber. dtsh. chem. Ges. 70, 2491 (1937). — Mikrochemie 15, 207 (1934).

In diesem Zusammenhang sei auf die Besonderheit einer Reihe von Sulfosalicylsäurekomplexen hingewiesen, mit bestimmten Fällungsmitteln nicht zu reagieren. Von dieser Nichtfällbarkeit einzelner Metalle in sulfosalicylsäurehaltiger Lösung kann sehr vorteilhaft bei einigen Trennungen Gebrauch gemacht werden. An wertvollen Möglichkeiten, die sich so ergeben, seien die Trennungen Eisen-Mangan, Eisen-Titan, Eisen-Aluminium und Eisen-Magnesium genannt.

Literatur: Mh. Chem. 43, 679 (1922) [Titan-Eisen, Titan-Aluminium]; 44, 91 (1923) [Uran-Titan, Uran-Eisen, Uran-Aluminium]; 47, 709 (1926) [Thallium neben anderen Metallen]. — Ber. dtsh. chem. Ges. 58, I, 380 (1925) [Trennung des Eisens und Aluminiums von Mangan, Magnesium und Phosphorsäure]. — Prodinger, „Organische Fällungsmittel“.

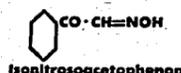


Hauptlaboratorium der
Ruhröl G.m.b.H. Hugo Stinnes Werke

Chinaldinsäure (siehe Cadmium) ergibt mit Eisen II-salzlösungen eine rote Färbung und ist gleichfalls zu colorimetrischen Zwecken empfohlen worden. Die Methode erlaubt, Eisen neben beträchtlichen Mengen Kupfer, Nickel, Kobalt und Zink zu bestimmen.

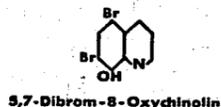
Literatur: Z. analyt. Chem. 95, 400 (1933). — Prodinger, „Organische Fällungsmittel“.

Ein blauer Niederschlag wird bei der Reaktion von Eisen III-salzen mit **Tannin** erhalten. Bei Zusatz eines Ammoniaküberschusses schlägt die Farbe des Niederschlags nach Rot um.



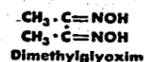
Isonitrosoacetophenon reagiert mit zweiwertigem Eisen unter Bildung eines intensiv blau gefärbten Salzes, das eine hochempfindliche Nachweismöglichkeit bietet. Die Erfassungsgrenze wird bei sachgemäßer Ausführung mit etwa 0,06 γ angegeben. Eine Reihe von Metallen, z. B. Kupfer, Zink, Blei, Nickel, stört allerdings den Nachweis.

Literatur: Ber. dtsh. chem. Ges. 60, 527 (1927).



5,7-Dibrom-8-Oxychinolin („Bromoxin“) liefert eine intensiv grünschwarze Komplexverbindung, die selbst bei sehr kleinen Eisenmengen entsteht und noch 0,05 γ Eisen neben nahezu sämtlichen anderen Metallen nachzuweisen gestattet. Durch Auswägen des getrockneten Niederschlags kann Bromoxin auch zur quantitativen Bestimmung des Eisens herangezogen werden. Ein besonderer Vorteil bietet sich durch die Möglichkeit, die Bestimmung auch in Gegenwart von Titan auszuführen.

Literatur: Z. anorg. allg. Chem. 204, 208, 215 (1932). — Berg, „Das o-Oxychinolin ‚Oxin‘“ (1935) (XXXIV. Band der Sammlung W. Böttger, „Die chemische Analyse“, Ferdinand Enke, Stuttgart).



Endlich erzeugt das als Nickelreagens bekannte **Dimethylglyoxim** mit Eisen II-salzen in ammoniakalischer Lö-

sung eine rote Färbung, von der zum Tüpfelnachweis Gebrauch gemacht werden kann. Der störende Einfluß von gleichzeitig vorhandenem Nickel kann durch einen einfachen Kunstgriff ausgeschaltet werden.

Literatur: Chemiker-Ztg. 36, 54 (1912). — Z. anorg. allg. Chem. 89, 401 (1914). — Z. analyt. Chem. 71, 189 (1927). — Mem. Coll. Sci., Kyoto Imp. Univ. Ser. A. 11, 113 = Chem. Zbl. 1928, II, 275 [Mikronachweis]. — Feigl, „Tüpfelreaktionen“.

Zur Fällung zwecks gravimetrischer Bestimmung kann außer dem vorerwähnten Bromoxin **Kupferron** (siehe Aluminium) Verwendung finden. Die Abscheidung des Eisens ist bei Gegenwart von Nickel, Kobalt, Chrom und anderen Begleitstoffen möglich.

Literatur: Chemiker-Ztg. 33, 1298 (1909). — Z. analyt. Chem. 50, 35 (1911); 83, 345 (1931). — Prodinger, „Organische Fällungsmittel“.

Gallium

Auch Gallium kann zu seiner gravimetrischen Bestimmung mit **Kupferron** (siehe Aluminium) gefällt werden, womit zugleich eine einfache Möglichkeit verbunden ist, die Trennung des Galliums von Indium zu erzielen. Von der Fällbarkeit des Galliums aus weinsäurehaltiger Lösung wird bei der Trennung Eisen-Titan-Gallium-Aluminium Gebrauch gemacht.

Literatur: Mh. Chem. 51, 325 (1929). — Z. analyt. Chem. 90, 333 (1932). — Prodinger, „Organische Fällungsmittel“.

Eine weitere Fällungsmöglichkeit bietet die Verwendung von **Tannin** als Reagens, das bei Einhaltung einer bestimmten Arbeitsweise zur Trennung des Galliums von Zink, Cadmium, Kobalt, Nickel, Mangan, Beryllium und Thallium vorgeschlagen worden ist.

Literatur: Mh. Chem. 50, 181 (1928). — Prodinge, „Organische Fällungsmittel“.

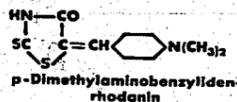
1,2,5,8-Tetraoxyanthrachinon (siehe Aluminium) erzeugt eine feine blaviolette Fällung. Die empfindliche Reaktion läßt bereits 0,02 γ Gallium erkennen. Es besteht die Möglichkeit, den Nachweis auch neben Aluminium zu führen.

Literatur: Z. anorg. allg. Chem. 220, 219 (1934).

Gold

Gold III-salze oxydieren **Benzidin** (siehe Blei) in essigsaurer Lösung zu Benzidinblau. Es handelt sich um einen Vorgang analog den unter ‚Blei‘, ‚Cer‘ und einigen anderen Metallen angeführten. Zweckmäßig als Tüpfelreaktion auszuführen.

Literatur: Boll. Chim. Farm. 52, 461 = Chem. Zbl. 1913, II, 716. — Journ. Russ. phys.-chem. Ges. 61, 1377 = Chem. Zbl. 1930, I, 2130. — Feigl, „Tüpfelreaktionen“.



p-Dimethylaminobenzylidenrhodanin erzeugt in neutraler und schwach saurer Lösung mit Goldsalzen einen rotvioletten Niederschlag. Die Reaktion ist als Tüpfelprobe geeignet. Silber-, Quecksilber-, Kupfer I- und Palladiumsalze (siehe diese) stören durch Bildung eigener farbiger Reaktionsprodukte.

Literatur: Mikrochemie 8, 271 (1930); 9, 165 (1931). — Feigl, „Tüpfelreaktionen“.

Zur quantitativen Bestimmung kann die Fällung mittels **Mercaptobenzthiazols** dienen. Der gelblichweiße, meist mit Reagens verunreinigte Niederschlag wird zur Auswaage zu metallischem Gold verglüht.

Literatur: Z. analyt. Chem. 104, 88 (1936). — Prodinge, „Organische Fällungsmittel“.

Kalium

5-Nitrobarbitursäure (Dilutursäure) gibt mit Kalium einen wohldefinierten, kristallinen, schwerlöslichen Niederschlag, der sich, besonders bei mikrochemischer Ausführung der Reaktion, ausgezeichnet zum Nachweis eignet. Die stark verschiedene Kristallform der Niederschläge ermöglicht eine Unterscheidung des Kaliums von Natrium, Ammonium, Rubidium, Calcium, Barium und Magnesium.

Literatur: Z. analyt. Chem. 104, 400 (1936).

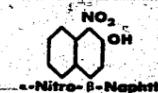
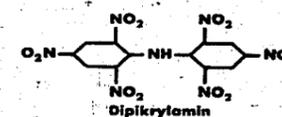
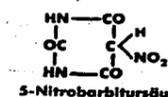
Gleichfalls zum Nachweis, aber auch zur bequemen quantitativen (gravimetrischen) Bestimmung dient **Dipikrylamin (Hexanitrodiphenylamin)***). Mit Kalium entsteht ein roter, nach dem Trocknen direkt auswägbarer Niederschlag des Kaliumsalzes. Die entsprechenden Natrium-, Lithium-, Magnesium- und Calciumsalze sind leicht löslich. Die Caesiumverbindung ist zwar ebenso wie die des Rubidiums schwerlöslich, aber von anderer Kristallform als die Kaliumverbindung, sodaß bei mikroskopischer Betrachtung eine Unterscheidung des Kaliums und Caesiums möglich ist.

Literatur: Angew. Chem. 49, 827 (1936). — Mikrochemie 14, 265 (1933/34); 18, 175 (1935). — Feigl, „Tüpfelreaktionen“.

Kobalt

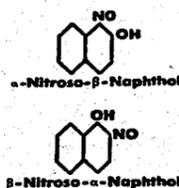
Zur quantitativen gewichtsanalytischen Bestimmung kann man sich der Fällung mittels **α-Nitro-β-Naphthols** bedienen. Der Niederschlag wird getrocknet und ausgewogen. Die Abscheidung kann in Gegenwart von Nickel, Zink, Chrom, Mangan und Aluminium vorgenommen

*) Bei Dipikrylamin „Merck“ ist die in der Literatur angegebene Aufreinigung nicht notwendig.



werden. Sie ist besonders für eine schnelle und genaue Kobaltbestimmung in Spezialstählen vorgeschlagen worden.

Literatur: Z. analyt. Chem. 98, 402 (1934). — Prodingen, „Organische Fällungsmittel“.

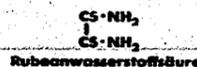


Ebenso führt die Fällung mit α -Nitroso- β -Naphthol, eine bestimmte Arbeitsweise vorausgesetzt, zu gewichtsanalytisch brauchbaren Niederschlägen. Die Reaktion mit α -Nitroso- β -Naphthol wie auch die mit dem isomeren β -Nitroso- α -Naphthol stellt außerdem einen hochempfindlichen Tüpfelnachweis dar, mit dem noch 0,006 γ Kobalt in einem Tropfen von 10 cmm erkannt werden können [Böttger].

Literatur: Ber. dtsh. chem. Ges. 18, I, 699 (1885); 20, 283 (1887). — Z. analyt. Chem. 90, 15 (1932). — J. Soc. chem. Ind., Chem. & Ind. 34, 641 = Chem. Zbl. 1915, II, 491. — Mikrochemie, Emich-Festschrift 29 (1930). — Prodingen, „Organische Fällungsmittel“. — Feigl, „Tüpfelreaktionen“.

Auch die schon mehrfach genannte Anthranilsäure (siehe Blei) ermöglicht eine gewichtsanalytische Bestimmung des Kobalts, wenn auch die Anwendungsmöglichkeit dieses Fällungsmittels seiner geringen Selektivität wegen vielleicht etwas beschränkt ist. Immerhin sei auf die Möglichkeit hingewiesen, auf diesem Wege Kobalt maßanalytisch zu bestimmen.

Literatur: Z. analyt. Chem. 93, 241 (1933). — Prodingen, „Organische Fällungsmittel“.



Durch Rubeanwasserstoffsäure wird Kobalt in Form eines gelbbraunen Niederschlags abgeschieden. Die Reaktion findet als Tüpfelnachweis Verwendung; Kupfer und Nickel (siehe diese) stören allerdings durch eigene Farbreaktionen.

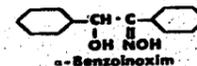
Literatur: Z. analyt. Chem. 79, 94 (1930). — Mikrochemie 8, 239 (1930). — Feigl, „Tüpfelreaktionen“.

Kupfer

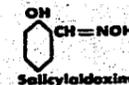
Zur quantitativen Kupferbestimmung stehen eine größere Reihe organischer Reagenzien von teilweise ausgezeichnete Selektivität zur Verfügung.

α -Benzoinoxim („Cupron“) liefert in ammoniakalischer Lösung einen grünen Niederschlag, der getrocknet und ausgewogen, außerdem auch titriert werden kann. Durch Anwendung weinsäurehaltiger Lösungen kann die Reaktion weitgehend spezifisch gestaltet werden. Die grüne Färbung der Kupferverbindung ermöglicht auch die Anwendung von Cupron in der Tüpfelanalyse.

Literatur: Ber. dtsh. chem. Ges. 56, 2083 (1923). — Bull. Soc. chim. Belgique 45, 1 (1936) = Chem. Zbl. 1936, I, 3874 [titrimetrisch]. — Mikrochemie 17, 127 (1935). — Prodingen, „Organische Fällungsmittel“. — Feigl, „Tüpfelreaktionen“.



Salicylaldoxim erzeugt einen hellgrünlichgelben Niederschlag, der gleichfalls ausgewogen oder auch titriert werden kann. Bei Einhaltung bestimmter Aciditätsgrenzen läßt sich auch mit diesem Reagens Kupfer in Gegenwart nahezu aller anderen Metalle erfassen. Salicylaldoxim ist auch brauchbar als Tüpfelreagens.



Literatur: Ber. dtsh. chem. Ges. 63, 1928 (1930). — Z. analyt. Chem. 88, 38 (1932) [neben Eisen]. — Bull. Soc. chim. Belgique 45, 9 (1936) = Chem. Zbl. 1936, I, 4473 [titrimetrisch]. — Mikrochemie 9, 424 (1931); 17, 127 (1935). — Prodingen, „Organische Fällungsmittel“. — Feigl, „Tüpfelreaktionen“.

Chinaldinsäure (siehe Cadmium) fällt Kupfer quantitativ als bläulichgrünes Kupferchinaldinat. Die Bestimmung erfolgt durch Auswägen des getrockneten Niederschlags.

Literatur: Z. analyt. Chem. 95, 400 (1933). — Mikrochemie 17, 14 (1935). — Prodingen, „Organische Fällungsmittel“.

Das bereits bei Eisen erwähnte 5,7-Dibrom-8-Oxychinolin ermöglicht auch eine zuverlässige gravimetrische Bestimmung des Kupfers, wobei auf den besonders nied-

rigen Kupfergehalt des Niederschlages von 9,5% aufmerksam gemacht sei. Der störende Einfluß von Eisen und Titan kann durch Anwendung oxalsäurehaltiger Lösungen vermieden werden. Das Verfahren ist im besonderen zur Bestimmung geringer Kupfermengen in Wässern vorgeschlagen worden.

Literatur: Z. anorg. allg. Chem. 204, 208, 215 (1932). — Z. analyt. Chem. 78, 113 (1930). — Mikrochemie, Emich-Festschrift 26 (1930). — Berg, „Das o-Oxychinolin ‚Oxin‘“ (1935) (XXXIV. Band der Sammlung W. Böttger, „Die chemische Analyse“, Ferdinand Enke, Stuttgart).



Thionalid (Thioglykolsäure-β-aminonaphthalid) ist ein wertvolles, vielseitig verwendbares Fällungsreagens, das je nach der Arbeitsweise zur einwandfreien Bestimmung einer ganzen Reihe von Metallen dienen kann. Der Kupferniederschlag, der sich in Gegenwart von Thallium, Eisen, Calcium, Barium, Magnesium, Zink, Cadmium, Mangan, Kobalt, Nickel, Chrom, Blei und Aluminium erhalten läßt, kann entweder getrocknet und ausgewogen oder jodometrisch titriert werden. Das Verfahren liefert vorzügliche Ergebnisse.

Literatur: Ber. dtsh. chem. Ges. 68, 403 (1935). — Angew. Chem. 48, 430, 597 (1935). — Prodinge, „Organische Fällungsmittel“.

Mercaptobenzthiazol und Anthranilsäure (siehe Blei) liefern ebenfalls mit Kupfer Niederschläge, auf denen sich gewichts- und maßanalytische Verfahren aufbauen. Die Fällung mit Mercaptobenzthiazol leistet u. a. in den Fällen gute Dienste, wo es sich um die Trennung des Kupfers von Cadmium handelt.

Literatur: (Mercaptobenzthiazol) Z. analyt. Chem. 102, 24, 108 (1935). — Prodinge, „Organische Fällungsmittel“. — (Anthranilsäure) Z. analyt. Chem. 93, 241 (1933). — Prodinge, „Organische Fällungsmittel“.

Das Reagens **Kupferron** wurde bereits bei Aluminium und einigen weiteren Metallen erwähnt. Es kann ebenso zur Fällung des Kupfers wie zu dessen Trennung von Zink und Cadmium bzw. von Eisen Verwendung finden.

Literatur: Z. anorg. allg. Chem. 66, 426 (1910); 68, 52 (1910). — Z. analyt. Chem. 50, 50 (1911). — Prodinge, „Organische Fällungsmittel“.

Die colorimetrische Bestimmung kleiner Kupfermengen ermöglicht **Dithizon** (siehe Blei), und zwar ohne Trennung neben sämtlichen Elementen außer Silber und Gold. Bei normaler Makroausführung ist die Reaktion für Kupfermengen von etwa 5—50 γ geeignet. Als Mikroverfahren gestattet sie, noch etwa 0,03 γ zu erkennen.

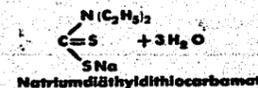
Literatur: Angew. Chem. 46, 442 (1933); 47, 90, 685 (1934); 50, 919 (1937). — Mikrochemie 8, 319 (1930). — Prodinge, „Organische Fällungsmittel“. — Feigl, „Tüpfelreaktionen“.

Ein anderes, zu colorimetrischen Zwecken geeignetes, hochempfindliches Reagens ist **Natriumdiäthylthiocarbamat**. Es erzeugt eine goldgelbe, mit Amylalkohol ausschüttelbare Färbung. Zur quantitativen Bestimmung von Kupferspuren geeignet.

Literatur: Analyst 54, 650 (1929) = Chem. Zbl. 1930, II, 2923. — Biochemical J. 26, 1022 (1932) = Chem. Zbl. 1933, I, 3749. — Journ. Amer. chem. Soc. 55, 4524 (1933) = Chem. Zbl. 1934, I, 1528. — Ann. Chim. analyt. Chim. appl. [3] 17, 145 (1935) = Chem. Zbl. 1935, II, 2708.

Benzidin (siehe Blei) liefert mit Kupfer nach Zusatz von Kaliumbromid (auch -jodid oder -cyanid) „Benzidinblau“. Diese in erster Linie als Tüpfelprobe gedachte Reaktion wird zwar von einer Reihe anderer (oxydierender) Metallsalze gestört, jedoch läßt sich deren Einfluß durch geeignete Arbeitsweise ausschalten.

Literatur: Z. analyt. Chem. 62, 369 (1923). — Mikrochemie 20, 153 (1936). — Feigl, „Tüpfelreaktionen“.



Ein sehr brauchbares Tüpfelreagens stellt die beim ‚Kobalt‘ erwähnte **Rubeanwasserstoffsäure** dar. Mit Kupfer entsteht ein schwarzer Tüpfelfleck, der noch 0,006 γ zu erkennen gestattet. Unter Einhaltung bestimmter Bedingungen kann der Kupfernachweis noch neben einem 20000fachen Überschuß an Kobalt oder (gleichfalls mit Rubeanwasserstoffsäure reagierendem) Nickel durchgeführt werden. Auch bei gleichzeitiger Anwesenheit von Kobalt und Nickel in hohen Überschüssen ist dieser Kupfernachweis anwendbar.

Literatur: Z. analyt. Chem. 79, 94 (1930). — Mikrochemie 8, 239 (1930). — Feigl, „Tüpfelreaktionen“.

Abschließend sei erwähnt, daß Kupfer I-salze (nicht dagegen Kupfer II-Verbindungen) mit **p-Dimethylaminobenzylidenrhodanin** (siehe Gold) unter Bildung eines roten Niederschlages reagieren. Die Tüpfelprobe kann mit Mengen bis herab zu 0,6 γ ausgeführt werden.

Literatur: Chem. Zbl. 1929, II, 1330.

Magnesium

Makro- wie Mikrobestimmungen in gravimetrischer oder maßanalytischer Ausführungsweise, ebenso die colorimetrische Bestimmung kleiner Magnesiummengen, lassen sich bequem und zuverlässig mit **8-Oxychinolin** („Oxin“) (siehe Aluminium) durchführen. Auf Einzelheiten der vielseitigen Anwendungsart dieses Reagens zur Magnesiumanalyse sei nicht eingegangen. Es ermöglicht im übrigen die Trennung des Magnesiums von den Alkalien (darunter auch Lithium) und Erdalkalien, der Phosphorsäure und sämtlichen Schwermetallen außer Kupfer, Cadmium und Zink. Eines der colorimetrischen Oxychinolin-Verfahren ist im besonderen für die Magnesiumbestimmung im Blut, Serum und Zellgewebe ausgearbeitet worden.

Literatur: Z. analyt. Chem. 71, 23, 122, 225 (1927); 82, 1 (1930); 86, 153 (1931). — J. Pharm. Chim. [8] 19, 14 (1934) = Chem. Zbl. 1934, I, 1844. — Mikrochemie, Pregl-Festschrift 319 (1929); Emich-Festschrift 18 (1930). — Berg, „Das o-Oxychinolin ‚Oxin‘“ (1935) (XXXIV. Band der Sammlung W. Böttger, „Die chemische Analyse“, Ferdinand Enke, Stuttgart).

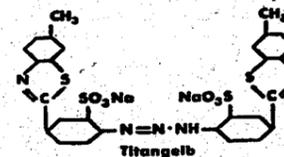
Alkalische Magnesiumlösungen ergeben mit dem Farbstoff **Titangelb** eine intensive rote Färbung. Diese Färbung kann als empfindliche qualitative Nachweisreaktion dienen. Störende Elemente, die entfernt werden müssen, sind: Zinn, Aluminium, Arsen, Wismut und Mangan. Barium, Strontium und Calcium erlauben den Nachweis noch bei 1000fachem Überschuß. Die Reaktion ist, z. T. nach geeigneter Maskierung, auch bei Anwesenheit von Beryllium, Zink, Cadmium, sowie von nicht zu hohen Überschüssen an Nickel und Kobalt anwendbar. Sie ermöglicht weiterhin eine quantitativ-colorimetrische Bestimmung von Magnesiumspuren.

Literatur: Biochem. Z. 185, 344 (1927). — Z. analyt. Chem. 76, 354 (1929). — Mikrochemie, Emich-Festschrift 180 (1930); 14, 343 (1934). — Feigl, „Tüpfelreaktionen“.

Mit **1,2,5,8-Tetraoxyanthrachinon (Chinalizarin)** (siehe Aluminium) reagiert Magnesium in alkalischer Lösung analog dem Beryllium unter Bildung einer kornblumenblauen Färbung bzw. Fällung. Die Farblacke des Magnesiums und Berylliums lassen sich leicht voneinander unterscheiden. Die Reaktion kann zur qualitativen Erkennung und ebenso zur colorimetrischen Bestimmung kleiner Magnesiummengen Anwendung finden.

Literatur: Ber. dtsch. chem. Ges. 57, 1394 (1924); 60, 975 (1927); 71, 1157 (1938) [absolutcolorimetrische Bestimmung]. — Z. analyt. Chem. 76, 354 (1929). — Mikrochemie, Pregl-Festschrift 127 (1929); Emich-Festschrift 180 (1930); 12, 235 (1933). — Feigl, „Tüpfelreaktionen“.

Bei der Einwirkung einer alkalischen Lösung von





Diphenylcarbazid (siehe Cadmium) liefern Magnesiumverbindungen ein kräftig violettrot gefärbtes Reaktionsprodukt. Von dieser Probe kann vorteilhaft in der Gesteinsanalyse Gebrauch gemacht werden. Sie ermöglicht u. a. auf einfache Weise eine Unterscheidung zwischen Dolomit- und Magnesitgesteinen.

Literatur: Z. analyt. Chem. 72, 113 (1927). — Mikrochemie 2, 186 (1924). — Feigl, „Tüpfelreaktionen“.

Zum Nachweis auch kleiner Magnesiummengen ist weiterhin der Farbstoff **p-Nitrobenzol-azo-α-Naphthol** geeignet, mit dessen alkalischer Lösung entweder ein blauer Niederschlag oder ein entsprechender Farbumschlag entsteht. Die Empfindlichkeit dieser Probe gestattet z. B. ohne weiteres, den Magnesiumgehalt des Leitungswassers oder der Asche von qualitativen Filtern zu erkennen. Als Tüpfelreaktion geeignet.

Literatur: Mikrochemie 12, 235 (1933). — Feigl, „Tüpfelreaktionen“.

Auch der Farbstoff **Benzopurpurin** ist als Magnesiumreagens vorgeschlagen worden.

Literatur: Z. analyt. Chem. 76, 354 (1929). — Ind. Engng. Chem., Analyt. Edit. 2, 416 (1930) = Chem. Zbl. 1930, II, 3856.

Mangan

Gefälltes Mangan II-hydroxyd geht in Berührung mit Luft in die vierwertige Stufe über und oxydiert dann **Benzidin** zu Benzidinblau. Die Reaktion ist als Tüpfelprobe geeignet. Für den Mangannachweis neben solchen anderen Stoffen, die Benzidin gleichfalls bläuen, sind besondere Arbeitsvorschriften entwickelt worden.

Literatur: Chemiker-Ztg. 44, 689 (1920). — Z. analyt. Chem. 60, 1 (1921). — Mikrochemie 1, 74 (1923). — Feigl, „Tüpfelreaktionen“.

30

Molybdän

Molybdatlösungen, die mit α, α' -Dipyridyl (siehe Eisen) versetzt sind, liefern bei nachfolgendem Reduzieren mit Zinn II-chlorid eine Violettfärbung. Bei geeigneter Maskierung kann die Reaktion auch bei Gegenwart von Wolframat angewendet werden.

Literatur: Mikrochim. Acta 1, 264 (1937). — Z. analyt. Chem. 113, 447 (1938).

Eine andere Nachweismöglichkeit für Molybdat beruht auf dem Entstehen einer Rotfärbung bzw. eines roten Niederschlags durch **Phenylhydrazin**. Als Tüpfelnachweis geeignet.

Literatur: Ber. dtsh. chem. Ges. 36, 512 (1903). — Bull. Soc. chim. France [4] 47, 128 (1930) = Chem. Zbl. 1930, I, 2281. — Feigl, „Tüpfelreaktionen“.

In mineral-saurer Lösung läßt sich zum Nachweis des Molybdäns das bei ‚Kupfer‘ erwähnte α -Benzoinoxim verwenden. Die entstehende Fällung ist quantitativ. Der Niederschlag kann zu MoO_3 verglüht und ausgewogen werden.

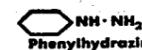
Literatur: Bur. Standards J. Res. 9, 1 (1932) = Chem. Zbl. 1932, II, 2494.

Natrium

Als recht spezifisches Nachweisreagens, das besonders auch für mikroanalytische Zwecke in Frage kommt, sei **Uranylammoniumacetat** genannt. Es liefert stark lichtbrechende Kristalle von charakteristischer Tetraederform.

Literatur: Z. analyt. Chem. 50, 263 (1911).

Zu quantitativen Bestimmungen ist das **Uranylzinkacetat** vorzuziehen. Es erzeugt eine gelbe, wäg- oder titrierbare oder auch colorimetrisch zu bestimmende Fällung des



31

Hauptlaboratorium der
Ruhröl G.m.b.H. Hugo Stinnes Werke

Tripelsalzes Natrium-Zink-Uranylacetat mit nur 1,5% Natrium.

Literatur: J. Amer. chem. Soc. 50, 1625 (1928); 51, 3233 (1929) = Chem. Zbl. 1928, II, 589; 1930, I, 1184. — Z. analyt. Chem. 70, 397 (1927); 90, 186 (1932) [titrimetrisch]; 93, 100 (1933) [titrimetrisch]. — Mikrochemie 6, 13 (1928); 7, 334 (1929). — Biochem. Z. 189, 308 (1927) [colorimetrisch]. — Feigl, „Tüpfelreaktionen“.

Nickel

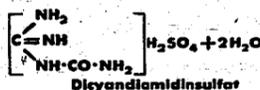
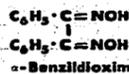
Zur qualitativen Erkennung wie zur quantitativen Bestimmung dient das bereits bei ‚Eisen‘ erwähnte **Dimethylglyoxim (Diacetyldioxim, Tschugaeffs Reagens)**, das mit Nickel einen voluminösen Niederschlag roter Kristallnadelchen erzeugt. Der Niederschlag wird nach dem Trocknen als solcher ausgewogen. Von besonderem Vorteil ist die Reaktion deshalb, weil sie das Nickel auch in Gegenwart von Kobalt zu erfassen gestattet. Als empfindlicher Tüpfelnachweis geeignet.

Literatur: Ber. dtsh. chem. Ges. 38, 2520 (1905). — Angew. Chem. 20, 834, 1844 (1907); 27, 315 (1914). — Z. analyt. Chem. 82, 417 (1930) [Nickel neben Kobalt]; 89, 161 (1932) [Nickel neben Kobalt]; 91, 29 (1933) [Löslichkeit des Nickel-Niederschlags]. — Mikrochemie 7, 213 (1929); Emich-Festschrift 125 (1930). — Feigl, „Tüpfelreaktionen“.

Von noch höherer Empfindlichkeit ist die im übrigen analoge Reaktion mit **α -Benzildioxim (α -Diphenylglyoxim)**. Grenzkonzentration 1:5 000 000.

Literatur: Chemiker-Ztg. 37, 773 (1913); 42, 242 (1918). — Ber. dtsh. chem. Ges. 50, 708 (1917).

Eine gelbe Fällung ergeben Nickelsalze mit **Dicyandiamidsulfat (Großmanns Reagens)**. Auch diese Reaktion ist in Gegenwart von Kobaltsalzen anwendbar. Sie



kann zum Nachweis und zur quantitativ-gravimetrischen wie maßanalytischen Bestimmung des Nickels dienen.

Literatur: Ber. dtsh. chem. Ges. 39, 3356 (1906) [qualitativ]; 41, 1878 (1908) [qualitativ]. — Chemiker-Ztg. 31, 535, 911 (1907) [gravimetrisch]; 33, 841, 851 (1909) [Trennungen]. — Z. analyt. Chem. 69, 232 (1926) [titrimetrisch]. — Mikrochemie 12, 321 (1933) [titrimetrisch].

Oxalendiuramidoxim liefert mit Nickel in verdünnt-ammoniakalischer Lösung einen orange gefärbten Niederschlag, der, als solcher ausgewogen, gleichfalls eine quantitative Bestimmung ermöglicht.

Literatur: Z. analyt. Chem. 65, 341 (1924/25). — Prodinger, „Organische Fällungsmittel“.

Bei Abwesenheit anderer Metalle kommt endlich auch die Abscheidung mit **Anthranilsäure** (siehe Blei) in Frage. Die Bestimmung selbst ist hierbei durch Auswägen oder maßanalytisch durchzuführen.

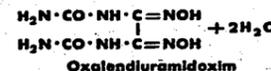
Literatur: Z. analyt. Chem. 93, 241 (1933). — Prodinger, „Organische Fällungsmittel“.

Als empfindliche Tüpfelprobe kann die **Blaufärbung mit Rubeanwasserstoffsäure** (siehe Kobalt) dienen. Erfassungsgrenze etwa 0,01 γ Nickel. Durch einen einfachen Kunstgriff gelingt der Nickelnachweis auch neben gleichfalls reagierendem Kupfer und Kobalt (siehe diese). Das „Grenzverhältnis“ Nickel:Kobalt liegt bei etwa 1:480.

Literatur: Z. analyt. Chem. 79, 94 (1930). — Mikrochemie 8, 239 (1930). — Feigl, „Tüpfelreaktionen“.

Niob

Auf eine Trennungsmöglichkeit für Niob und Tantal ist unter ‚Tantal‘ hingewiesen.



$\text{H}_2\text{N} \cdot \text{CS} \cdot \text{NH}_2$
Sulfoharnstoff

Osmium

Zum Nachweis dieses Elements in Form der Verbindungen OsO_4 bzw. K_2OsCl_6 oder anderer Chlorosmate hat Tschugaeff Sulfoharnstoff (Thioharnstoff) vorgeschlagen. Bei bestimmter Arbeitsweise entsteht eine für Osmium charakteristische Rotfärbung. Ruthenium stört.

Literatur: C. R. hebd. Séances Acad. Sci. 167, 235 (1918) = Chem. Zbl. 1918, II, 1081.

Palladium

Eine quantitative Bestimmungsmöglichkeit bietet die Fällung mit Dimethylglyoxim (siehe Eisen, Nickel), das in mineral-saurer Lösung einen orangegelben Niederschlag erzeugt. Dieser kann getrocknet und als solcher ausgewogen oder zu metallischem Palladium verglüht werden. Die Reaktion ist auch für den Mikronachweis des Palladiums angegeben worden.

Literatur: Z. analyt. Chem. 52, 101, 660, 740 (1913); 95, 392 (1933). — Mikrochemie 17, 279 (1935).

Salicylaldoxim (siehe Kupfer) ergibt in mineral-saurer Lösung eine eigelbe, gleichfalls quantitative Fällung, die zur gravimetrischen und maßanalytischen Bestimmung des Palladiums dienen kann. Das Verfahren ist zur Trennung Palladium-Platin geeignet.

Literatur: Z. analyt. Chem. 95, 392 (1933). — Bull. Soc. chim. Belgique 45, 9 (1936). = Chem. Zbl. 1936, I, 4473 [titrimetrisch]. — Prodinger, „Organische Fällungsmittel“.

Endlich kann zur Abscheidung des Palladiums auch von den Kobaltreagenzien α -Nitro- β -Naphthol und α -Nitroso- β -Naphthol Gebrauch gemacht werden. Eine quantitative (gravimetrische) Bestimmung ist durch Auswägen der ge-

trockneten Niederschläge oder auch durch Verglühen und Wägen als Metall möglich. Beide Reagenzien eignen sich zur Trennung des Palladiums vom Platin.

Literatur: (α -Nitro- β -Naphthol) Z. analyt. Chem. 98, 402 (1934). Prodinger, „Organische Fällungsmittel“. — (α -Nitroso- β -Naphthol) Z. anorg. allg. Chem. 80, 335 (1913). — Prodinger, „Organische Fällungsmittel“.

Als Tüpfelreagens ist das bereits unter ‚Gold‘ aufgeführte **p-Dimethylaminobenzylidenrhodanin** vorgeschlagen worden. Gold, Silber, Quecksilber, Platin und Iridium stören durch ähnliche Reaktionen. Die störenden Einflüsse können durch geeignetes Maskieren bis zu einem gewissen Grade ausgeschaltet werden.

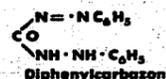
Literatur: Mikrochemie 8, 271 (1930); 9, 165 (1931). — Feigl, „Tüpfelreaktionen“.

Quecksilber

Quecksilbersalze liefern mit Diphenylcarbazid (siehe Cadmium) und mit dessen Oxydationsprodukt Diphenylcarbazon violette bis blaue unlösliche Salze, deren Entstehung in Lösungen bestimmter Salpetersäure-Konzentration für Quecksilber weitgehend spezifisch ist. Die Reaktion ermöglicht einen empfindlichen Tüpfelnachweis. Sie ist auch zu einer colorimetrischen Bestimmung kleiner Quecksilbermengen vorgeschlagen worden.

Literatur: C. R. hebd. Séances Acad. Sci. 130, 1561 (1900); 131, 346 (1900). — Bull. Soc. Chim. Paris [3] 23, 701 (1900) = Chem. Zbl. 1900, II, 645. — Z. analyt. Chem. 62, 369 (1923); 87, 352 (1932). — Mikrochemie 1, 4 (1923); 21, 209 (1936). — Angew. Chem. 39, 791 (1926); 41, 546 (1928). — Feigl, „Tüpfelreaktionen“.

p-Dimethylaminobenzylidenrhodanin (siehe Gold) erzeugt mit Quecksilber II-salzen einen rotvioletten



Niederschlag, der sich besonders zur Tüpfelanalyse eignet.

Literatur: Mikrochemie 7, 213 (1929). — Feigl, „Tüpfelreaktionen“.

Mit einer Lösung von **Dithizon** (siehe Blei) in Tetrachlorkohlenstoff geschüttelt, rufen Quecksilbersalze eine orangefarbene Färbung der Tetrachlorkohlenstoffschicht hervor. Die Reaktion läßt sich bei geeigneter Arbeitsweise hinreichend selektiv gestalten. Sie stellt einen wertvollen qualitativen Mikronachweis dar und ermöglicht auch eine colorimetrische Bestimmung kleiner Quecksilbermengen. Die Reaktion bildet weiterhin die Grundlage eines maßanalytischen Bestimmungsverfahrens.

Literatur: Angew. Chemie 46, 279 (1933); 47, 685 (1934); 50, 919 (1937). — Z. analyt. Chem. 103, 241 (1935). — Prodingen, „Organische Fällungsmittel“. — Feigl, „Tüpfelreaktionen“.

Gravimetrische Quecksilberbestimmungen lassen sich mit Hilfe von **Thionalid** (siehe Kupfer) oder von **Anthranilsäure** (siehe Blei) ausführen. Die Bestimmung des Thionalidniederschlags ist überdies auf maßanalytischem Wege möglich.

Literatur: (Thionalid) Ber. dtsch. chem. Ges. 68, 403 (1935). — Angew. Chem. 48, 430, 597 (1935). — Prodingen, „Organische Fällungsmittel“. — (Anthranilsäure) Z. analyt. Chem. 101, 85 (1935). — Prodingen, „Organische Fällungsmittel“.

Ruthenium

Sulfoharnstoff (siehe Osmium) liefert mit Ruthenium in saurer Lösung beim Erwärmen eine kräftige Blaufärbung. Bei Zugabe von überschüssigem Ammoniak schlägt die Farbe nach Rosa um.

Literatur: Z. anorg. allg. Chem. 138, 368 (1924). — Mikrochemie 16, 193 (1935).

Von noch höherer Empfindlichkeit ist ein ähnlicher Nachweis mit **Rubcanwasserstoffsäure** (siehe Kobalt). Auch mit diesem Reagens entsteht beim Kochen in stark salzsaurer Lösung eine tiefblaue Färbung, die für Ruthenium eindeutig ist, und die den Nachweis neben sämtlichen anderen Platinmetallen gestattet. Diese Möglichkeit ist besonders im Hinblick auf die Unterscheidung der ähnlichen Metalle Ruthenium und Osmium wertvoll.

Literatur: Mikrochemie 15, 295 (1934). — Feigl, „Tüpfelreaktionen“.

Selen¹⁾

Aus salzsaurer Lösung fällt **Sulfoharnstoff** (siehe Osmium) Selen als charakteristisches rotes Pulver aus. Die Reaktion ist auch als Tüpfelnachweis angegeben worden. Tellur (siehe dieses), das gleichfalls mit Sulfoharnstoff reagiert, stört die Reaktion allerdings merklich, sodaß der Nachweis nur bis zum fünffachen Tellur-Überschuß möglich ist. Erfassungsgrenze hierbei: 5 γ Selen.

Literatur: Ann. Chim. applicata 17, 357 (1927) = Chem. Zbl. 1927, II, 1870. — Mikrochemie 15, 32 (1934).

Silber

Ein empfindliches Mikroreagens stellt das **p-Dimethylaminobenzylidenrhodanin** (siehe Gold) dar. Erfassungsgrenze als Tüpfelnachweis: 0,02 γ Silber. Allerdings ist auf die ähnliche Reaktion einiger anderer Metalle, besonders der Edelmetalle, Rücksicht zu nehmen.

Literatur: Z. analyt. Chem. 74, 380 (1928). — Mikrochemie 9, 165 (1931); 12, 235 (1932/33). — Feigl, „Tüpfelreaktionen“.

¹⁾ Selen und Tellur (S. 38) wurden aus Zweckmäßigkeitsgründen mit aufgenommen, obwohl es sich hier nicht um Metalle im chemischen Sinne handelt.

Die Lösung von **Dithizon** (siehe Blei) in Tetrachlorkohlenstoff ergibt mit neutralen Silberlösungen einen violetten, in Tetrachlorkohlenstoff unlöslichen Niederschlag, mit schwach sauren Lösungen eine gelbe lösliche Komplexverbindung. Dithizon kann sowohl zum Nachweis als auch zur quantitativen Bestimmung des Silbers dienen.

Literatur: Angew. Chem. 46, 442 (1933); 47, 685 (1934); 50, 919 (1937). — Mikrochemie 8, 319 (1930). — Z. analyt. Chem. 101, 1 (1935) [quantitative Bestimmung]. — Prodingen, „Organische Fällungsmittel“.

Eine quantitative Bestimmung ermöglicht **Thionalid** (siehe Kupfer). Besondere Vorteile bietet dieses Reagens bei der Trennung des Silbers von Blei und Thallium.

Literatur: Ber. dtsh. chem. Ges. 68, 403 (1935). — Angew. Chem. 48, 430, 597 (1935). — Prodingen, „Organische Fällungsmittel“.

Tantal

Zur quantitativen Trennung von Tantal und Niob kann man sich vorteilhaft des **Tannins** bedienen, das unter bestimmten Bedingungen nur mit Tantal einen Niederschlag liefert.

Literatur: Analyst 50, 485 (1925); 57, 72, 750 (1932) = Chem. Zbl. 1926, I, 738; 1932, II, 2494; 1933, I, 1658. — Z. anorg. allg. Chem. 151, 221 (1926). — Prodingen, „Organische Fällungsmittel“.

Tellur

Sulfoharnstoff (siehe Osmium) erzeugt mit Tellur je nach der Konzentration eine gelbe Fällung oder Färbung. Außer Selen (siehe dieses) stören hier Antimon und Wismut durch eigene gelbe Färbungen, die sich allerdings in gewissen Grenzen von der Tellurreaktion unterscheiden lassen.

Literatur: Ann. Chim. applicata 17, 359 (1927) = Chem. Zbl. 1927, II, 1870. — Z. analyt. Chem. 82, 289 (1930).

Thallium

Einen qualitativen Farbnachweis für dreiwertiges Thallium, der auch als Tüpfelprobe in Frage kommt, ermöglicht **Benzidin** (siehe Blei) durch Bildung von „Benzidinblau“. Erforderlich ist die Abwesenheit einiger anderer Oxydationsmittel, die Benzidin gleichfalls in Benzidinblau überführen.

Literatur: Chemiker-Ztg. 44, 689 (1920). — Feigl, „Tüpfelreaktionen“.

Von Wichtigkeit dürfte das Reagens **Thionalid** sein (siehe Kupfer). Der in natronalkalischer, tartrat- und cyanidhaltiger Lösung entstehende gelbe Niederschlag ist unter diesen Arbeitsbedingungen für Thallium spezifisch und deshalb z. B. für toxikologische Untersuchungen wertvoll. Er ermöglicht auch die gravimetrische und maßanalytische (jodometrische) Bestimmung des Thalliums.

Literatur: Angew. Chem. 48, 430 (1935). — Z. analyt. Chem. 109, 305 (1937).

Eine weitere Möglichkeit der quantitativen Bestimmung bietet die Fällung mittels **Mercaptobenzthiazols** (siehe Blei).

Literatur: Z. analyt. Chem. 104, 88 (1936). — Prodingen, „Organische Fällungsmittel“.

Thorium

Zur quantitativen Bestimmung kann von der Fällung mit **Phenylarsinsäure** Gebrauch gemacht werden. Die Abscheidung ist vollständig, jedoch muß ein zweitesmal als Oxalat gefällt werden, da das Thoriumphenylarsinat schwer in eine einwandfreie Wägeform überzuführen ist.

Literatur: J. Amer. chem. Soc. 48, 895 (1926) = Chem. Zbl. 1926, I, 3498.



Auch **Kupferron** (siehe Aluminium) ist zur quantitativen Abscheidung empfohlen worden.

Literatur: Chem. Zbl. 1932, I, 978. — Prodinger, „Organische Fällungsmittel“.

Pikrolonsäure (siehe Blei) bildet ein schwer lösliches Thoriumsalz mit einem Thoriumgehalt von nur etwa 18%. Die Fällung kann zur genauen Bestimmung auch kleiner Thoriummengen dienen.

Literatur: Z. analyt. Chem. 100, 87 (1935). — Prodinger, „Organische Fällungsmittel“.

Die Trennung des Thoriums von Beryllium läßt sich nach Schriftumsangaben mit Hilfe von **Tannin** erzielen.

Literatur: Mh. Chem. 48, 673 (1927). — Prodinger, „Organische Fällungsmittel“.

Titan



Brenzkatechin ergibt mit nicht zu verdünnten, schwach sauren Lösungen von Titansalzen eine gelbrote Färbung oder Fällung. Die nicht sehr selektive Reaktion ist vorwiegend zur Identifizierung geeignet.

Literatur: Ber. dtsh. chem. Ges. 42, 4341 (1909); 68, 1023 (1935). — Feigl, „Tüpfelreaktionen“.

Eine empfindlichere braunrote Färbung liefert **Chromotropsäure** (siehe Chrom) mit salz- oder schwefelsauren Titanlösungen. Bei Anwesenheit anderer Metalle ist nach besonderem Verfahren zu arbeiten.

Literatur: Ber. dtsh. chem. Ges. 45, 2480 (1912). — Z. anorg. allg. Chem. 150, 163 (1926).

Der durch **Kupferron** (siehe Aluminium) erzeugte Niederschlag ermöglicht eine quantitative Bestimmung. Für die Titanbestimmung in Erzen und Stählen ist eine Reihe von Sondervorschriften ausgearbeitet worden.

Literatur: Z. anorg. allg. Chem. 87, 375 (1914) [Titan-Eisen-Aluminium-Phosphorsäure]. — Z. analyt. Chem. 83, 345 (1931) [Titan-Eisen-Aluminium]. — Ann. Chim. applicata 17, 53 = Chem. Zbl. 1927, II, 719 [Titan-Uran]. — Prodinger, „Organische Fällungsmittel“.

Mit **8-Oxychinolin** (siehe Aluminium) entsteht ein orangeroter Niederschlag, der zur quantitativen (gravimetrischen oder maßanalytischen) Bestimmung dienen kann. Das Reagens ermöglicht die Trennung des Titans von Aluminium, den Erdalkalien und den Alkalien. Es kann vorteilhaft zur Bestimmung sehr kleiner Titanmengen herangezogen werden.

Literatur: Z. analyt. Chem. 81, 1 (1930). — Berg, „Das o-Oxychinolin ‚Oxin‘“ (1935) (XXXIV. Band der Sammlung W. Böttger, „Die chemische Analyse“, Ferdinand Enke, Stuttgart).

5,7-Dibrom-8-Oxychinolin (siehe Eisen) erzeugt ebenfalls eine quantitative Abscheidung. Die Bestimmung erfolgt durch Auswägen des getrockneten Niederschlages.

Literatur: Z. anorg. allg. Chem. 204, 208, 215 (1932). — Berg, „Das o-Oxychinolin ‚Oxin‘“ (1935) [XXXIV. Band der Sammlung W. Böttger, „Die chemische Analyse“, Ferdinand Enke, Stuttgart].

Der rote Niederschlag, den Titan mit **Tannin** ergibt, kann, auch in Gegenwart einer Reihe anderer Metalle, als empfindlicher qualitativer Nachweis dienen. An quantitativen Möglichkeiten, die sich durch diese Fällung bieten, sei die Trennung des Titans von Beryllium erwähnt.

Literatur: Mh. Chem. 48, 673 (1927). — Prodinger, „Organische Fällungsmittel“.

Uran

Zur quantitativen Abscheidung kleiner Uranmengen ist die **Chinaldinsäure** (siehe Cadmium) vorgeschlagen worden. Der Niederschlag wird gegläht und als U_3O_8 ausgewogen.

Literatur: Z. analyt. Chem. 95, 400 (1933). — Prodingen,
„Organische Fällungsmittel“.

Auch die Fällung des Urans mit **Tannin** soll zu befriedigenden Ergebnissen führen.

Literatur: J. Indian chem. Soc. 6, 777 (1929) = Chem. Zbl. 1930, I, 1505. — Prodingen, „Organische Fällungsmittel“.

Vanadin

Vierwertiges Vanadin reduziert in alkalischem Medium Eisen III-Verbindungen zur zweiwertigen Stufe, deren Bildung mit Hilfe von **Dimethylglyoxim** (siehe Eisen) am Auftreten einer Rotfärbung erkannt werden kann. Die Reaktion ermöglicht bei Abwesenheit bzw. nach dem Entfernen anderer Oxydations- und Reduktionsmittel und einiger störender Metalle einen empfindlichen Mikro-nachweis für Vanadin. Vanadin, das in fünfwertiger Form vorliegt, läßt sich leicht zunächst in die erforderliche vierwertige Stufe überführen.

Literatur: Helv. chim. Acta 14, 1266 (1931) = Chem. Zbl. 1932, I, 1124. — Feigl, „Tüpfelreaktionen“.

Vanadin der dreiwertigen Stufe läßt sich mit **Kakothelin** (Nitroprodukt des Brucins von unbekannter Konstitution) am Auftreten einer Violettfärbung nachweisen. Die Reaktion ist auch auf Vanadat anwendbar, wenn mit Zinn II und Salzsäure reduziert wird. Zinn II-salze reagieren den Vanadin III-salzen analog; sie müssen deshalb abwesend sein. Molybdate und Wolframate stören durch Bildung eigener blauer Reduktionsprodukte. Geeignet als Tüpfelreaktion.

Literatur: Helv. chim. Acta 14, 1266 (1931) = Chem. Zbl. 1932, I, 1124. — Feigl, „Tüpfelreaktionen“.

Eine andere Tüpfelreaktion für dreiwertiges Vanadin beruht auf der braunen Färbung bzw. Fällung, die in

salpetersaurer Lösung mit **5,7-Dibrom-8-Oxychinolin** (siehe Eisen) entsteht. Eisen III-salze müssen zuvor entfernt werden.

Literatur: Helv. chim. Acta 16, 239 (1933) = Chem. Zbl. 1933, I, 2981. — Berg, „Das o-Oxychinolin ‚Oxin‘“ (1935) (XXXIV. Band der Sammlung W. Böttger, „Die chemische Analyse“, Ferdinand Enke, Stuttgart).

Erwähnt sei noch die dunkelblaue Fällung, die Vanadate mit **Tannin** erzeugen. Der in essigsauerm Medium praktisch unlösliche Niederschlag ist auch zur quantitativen Bestimmung vorgeschlagen worden. Die Auswaage erfolgt nach dem Glühen als V_2O_5 .

Literatur: Mh. Chem. 48, 673 (1927). — Prodingen, „Organische Fällungsmittel“.

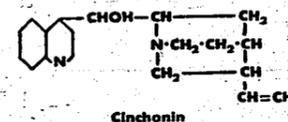
Wismut

Wismut bildet mit **Cinchonin** und Kaliumjodid in neutraler oder schwach saurer Lösung ein orangerotes Doppeljodid, dessen intensive Färbung einen empfindlichen Nachweis des Wismuts ermöglicht. Die Reaktion kann zweckmäßig als Tüpfelprobe ausgeführt werden. Eine Reihe von Metallen beeinträchtigt die Erkennung durch eigene Farb-reaktionen. Wird die Probe jedoch durch Tüpfeln auf Papier ausgeführt, so gelingt der Wismutnachweis in gewissen Grenzen auch neben diesen störenden Elementen.

Literatur: Z. analyt. Chem. 62, 369 (1923); 104, 30 (1936) [Störwirkung anderer Ionen]. — Feigl, „Tüpfelreaktionen“.

Dimethylglyoxim (siehe Eisen) erzeugt in ammoniakalischer Lösung einen kräftig gelb gefärbten voluminösen Niederschlag. Zum Nachweis geeignet.

Literatur: Z. analyt. Chem. 72, 11 (1927). — Chemist-Analyst 23, 8 (1934) = Chem. Zbl. 1934, II, 289.



Hauptlaboratorium der
Ruhröl G.m.b.H. Hugo Stinnes Werke

Zum Wismutnachweis kann man sich weiterhin des **Sulfonstoffs** (siehe Osmium) bedienen, der in salpetersaurer Lösung eine charakteristische hellgelbe Färbung hervorruft. Die Reaktion dürfte wegen ihrer guten Selektivität von Nutzen sein. Sie ist auch zur quantitativ-colorimetrischen Bestimmung kleiner Wismutmengen vorgeschlagen worden.

Literatur: Z. anorg. allg. Chem. 216, 386 (1934). — Chemist-Analyst 23, 8 (1934) = Chem. Zbl. 1934, II, 289. — Z. analyt. Chem. 94, 161 (1933) [colorimetrische Bestimmung].

Aus nicht zu stark sauren Wismutlösungen erhält man auf Zusatz von **Pyrogallol** (siehe Antimon) eine kristalline gelbe Fällung, die zum Nachweis und auch zur quantitativen (gravimetrischen) Bestimmung dienen kann. Als Vorteil der sehr selektiven Reaktion sei vermerkt, daß sie auch von gleichzeitig anwesendem Blei nicht beeinträchtigt wird und damit eine einfache Trennung von Antimon und Blei ermöglicht.

Literatur: Z. analyt. Chem. 65, 448 (1924/25); 106, 36 (1936). — Mikrochemie 2, 186 (1924). — Prodinger, „Organische Fällungsmittel“.

Als vorwiegend quantitatives Reagens ist **Thionalid** (siehe Kupfer) zu nennen, mit dem sich die Bestimmung des Wismuts und seine Trennung von vielen Metallen, wie Blei, Cadmium, Zink, Mangan, Kobalt, Nickel, Eisen, Thallium und anderen gewichts- und maßanalytisch genau durchführen läßt.

Literatur: Ber. dtsh. chem. Ges. 68, 403 (1935). — Angew. Chem. 48, 430, 597 (1935). — Prodinger, „Organische Fällungsmittel“.

Weitere Fällungsreagenzien für quantitative Zwecke sind **Kupferron** (siehe Aluminium) und **Mercaptobenzthiazol** (siehe Blei). Die Niederschläge werden in beiden Fällen

zu Bi_2O_3 verglüht und ausgewogen. Die Verwendung von Kupferron als Fällungsmittel ermöglicht eine Reihe wertvoller Trennungen.

Literatur: (Kupferron) Bull. Soc. chim. Belgique 37, 267 = Chem. Zbl. 1928, II, 2670. — Prodinger, „Organische Fällungsmittel“. — (Mercaptobenzthiazol) Z. analyt. Chem. 104, 88 (1936). — Prodinger, „Organische Fällungsmittel“.

Als günstig hat sich die Abscheidung mit **8-Oxychinolin** (siehe Aluminium) bei Gegenwart von Jodwasserstoffsäure erwiesen. Der aus mineral-saurer Lösung ausfallende feuerrote Niederschlag von wismut-jodwasserstoffsäurem 8-Oxychinolin bietet die Möglichkeit eines empfindlichen und selektiven Nachweises (Grenzkonzentration etwa 1:1 000 000), zugleich auch einer genauen und einfachen maßanalytischen Bestimmung kleiner Wismutmengen. Zur Auswaage scheint der Niederschlag des Doppeljodids allerdings nicht geeignet zu sein.

Literatur: Ber. dtsh. chem. Ges. 60, 1664 (1927). — Z. analyt. Chem. 99, 402 (1934); 103, 261 (1935). — C. R. Soc. Biol. 109, 79 (1932) = Chem. Zbl. 1932, II, 1809. — Berg, „Das o-Oxychinolin ‚Oxin‘“ (1935) (XXXIV. Band der Sammlung W. Böttger, „Die chemische Analyse“, Ferdinand Enke, Stuttgart).

Bei Abwesenheit von Halogeniden ist eine Fällung auch mit 8-Oxychinolin allein möglich, die in diesem Fall zum normalen Komplex $\text{Bi}(\text{C}_9\text{H}_6\text{ON})_3 \cdot \text{H}_2\text{O}$ führt. Die Bestimmung erfolgt durch Auswägen des Niederschlags oder durch Titration.

Literatur: Z. analyt. Chem. 72, 177 (1927); 103, 261 (1935).

Endlich kann auch das unter ‚Cadmium‘ genannte **Naphthochinolin** zur quantitativen Abscheidung des Wismuts dienen, doch sei diese Möglichkeit mehr der Vollständigkeit wegen erwähnt, da die Bestimmungsmethode mittels dieses Reagenses mit gewissen grundsätzlichen

Mängeln behaftet ist und nur in der Hand sehr geübter Analytiker verlässliche Resultate erwarten läßt.

Literatur: Z. analyt. Chem. 103, 88 (1935). — Prodinge, „Organische Fällungsmittel“.

Wolfram

Aus Wolframatlösungen scheidet **Benzidin** (siehe Blei) das Wolfram quantitativ als Benzidinwolframat ab. Analog fallen **Cinchonin** bzw. sein Hydrochlorid (siehe Wismut) Wolfram als Cinchoninwolframat. Beide Niederschläge können zur Bestimmung des Wolframs dienen. Sie werden geglüht und als WO_3 ausgewogen.

Literatur: (Benzidin) Ber. dtsch. chem. Ges. 38, 783 (1905). — (Cinchonin) Engng. Min. J. 106, 27 (1918).

Zur quantitativen Fällung, besonders in stärker chloridhaltigen Lösungen, wird als Reagens auch **Tannin** bei Zusatz von Cinchonin angegeben. Der Niederschlag wird auch in diesem Fall zu WO_3 verglüht.

Literatur: Analyst 52, 504 (1927) = Chem. Zbl. 1927, II, 2621. — Z. anorg. allg. Chem. 169, 326 (1928).

Zink

Für quantitative Zinkbestimmungen steht an Reagenzien zunächst **Chinaldinsäure** (siehe Cadmium) zur Verfügung. Der hiermit erzeugte Niederschlag von Zinkchinaldinat wird bis zur Gewichtskonstanz getrocknet. Die Fällung, die auch für Mikrobestimmungen in Frage kommt, gestattet die Trennung des Zinks von Mangan, Magnesium, Calcium, Barium, Strontium und Phosphorsäure, in tartrathaltiger Lösung auch von Eisen, Aluminium, Uran, Beryllium und Titan.

Literatur: Z. analyt. Chem. 95, 400 (1933); 100, 324 (1935). — Mikrochemie 17, 11 (1935); 18, 89 (1935). — Prodinge, „Organische Fällungsmittel“.

8-Oxychinolin (siehe Aluminium) fällt Zink quantitativ als grünlichgelben kristallinen Niederschlag, der sich ebenfalls auswiegen oder auch sehr genau bromometrisch bestimmen läßt. Durch Fällung aus natronalkalischer Lösung kann eine einfache Trennung von den meisten anderen Metallen erzielt werden. Sehr kleine Niederschlagsmengen (5—50 γ) lassen sich mit Phosphorwolfram-Molybdän-Säure befriedigend genau colorimetrisch bestimmen.

Literatur: Z. analyt. Chem. 71, 122, 171, 225 (1927); 76, 191 (1929) [Zink-Mangan]; 82, 366 (1930) [colorimetrisch]. — Pharmac. Weekbl. 68, 93 (1931) = Chem. Zbl. 1931, II, 1036 [Zink-Blei]. — Berg, „Das o-Oxychinolin ‚Oxin‘“ (1935) (XXXIV. Band der Sammlung W. Böttger, „Die chemische Analyse“, Ferdinand Enke, Stuttgart).

Auch **Anthranilsäure** (siehe Blei) kommt als Fällungsreagens, und zwar für Makro- und Mikrobestimmungen, in Frage. Neben der gewichtsmäßigen Bestimmungsweise durch Auswiegen des Niederschlages besteht die Möglichkeit, das Zinkanthranilat mit Bromid-Bromat zu titrieren.

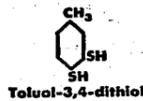
Literatur: Z. analyt. Chem. 91, 332 (1933). — Mikrochemie 18, 53 (1935). — Prodinge, „Organische Fällungsmittel“.

Die grüne Lösung von **Dithizon** (siehe Blei) in Tetrachlorkohlenstoff färbt sich beim Schütteln mit Zinklösungen purpurrot. Die außerordentlich empfindliche Reaktion kann durch geeignete Maskierung spezifisch gestaltet werden. Sie ermöglicht auch eine direkte quantitative Bestimmung auf maßanalytischem oder colorimetrischem Wege und zwar neben sämtlichen Metallen. Es sei erwähnt, daß nach Fischer und Leopoldi

Zinkspuren in anderen Metallen bis herab zu Hundertstel-, teilweise sogar Tausendstel-Prozenten erfaßt werden können.

Literatur: Angew. Chem. 47, 685 (1934); 50, 919 (1937). — Z. analyt. Chem. 97, 385 (1934); 100, 385 (1935); 107, 241 (1936). — Mikrochemie 8, 319 (1930). — Ind. Engng. Chem., Analyt. Edit. 9, 127 (1937) = Chem. Zbl. 1938, I, 381. — Feigl, „Tüpfelreaktionen“.

Zinn



Toluol-3,4-dithiol („Dithiol“) liefert mit Zinn II-salzen in stark saurer Lösung einen roten Niederschlag bzw. eine rötliche Färbung. Die Reaktion kann zum qualitativen Nachweis dienen. Sie ist unter Angabe einer bestimmten Arbeitsweise auch zur colorimetrischen Bestimmung kleiner Zinnmengen vorgeschlagen worden.

Literatur: Analyst 61, 242 (1936); 62, 661 (1937) = Chem. Zbl. 1936, II, 659; 1938, I, 668 [colorimetrisch].

Von qualitativen Reagenzien sind weiterhin **Diazingrün (Diazingrün S)**, **Kakothelin** und **Dimethylglyoxim** zu nennen.

Diazingrün S ist ein blauer Azofarbstoff, der durch Zinn II-salze reduziert wird und dabei nach Violett bis Rot umschlägt.

Literatur: Z. analyt. Chem. 74, 225 (1928).

Kakothelin reagiert mit zweiwertigem Zinn in gleicher Weise, wie dies bei ‚Vanadin‘ beschrieben ist. Die entstehende Violettfärbung ermöglicht einen empfindlichen Tüpfelnachweis.

Literatur: Ind. Engng. Chem., Analyt. Edit. 7, 26 (1935) = Chem. Zbl. 1935, I, 3820. — Chem. Zbl. 1936, II, 1979. — Feigl, „Tüpfelreaktionen“.

Auch **Dimethylglyoxim** (siehe Eisen) kann zum Zinn-Nachweis dienen. Es handelt sich um die analoge Reaktion, wie sie für Vanadin IV-salze (siehe dort) angegeben wurde: Zinn II-salz reduziert dreiwertiges zu zweiwertigem Eisen, dessen Entstehung das Reagens durch Rotfärbung anzeigt.

Literatur: Chemiker-Ztg. 43, 861 (1919).

Quantitativ läßt sich Zinn mit **Phenylarsinsäure** (siehe Thorium) bestimmen. Der Niederschlag wird geglüht und als SnO₂ gewogen. Zirkon und Thorium fallen mit aus.

Literatur: J. Amer. chem. Soc. 55, 3945 (1933) = Chem. Zbl. 1934, I, 1678.

Zirkon

Die vorstehend erwähnte **Phenylarsinsäure** ist auch zur quantitativen Zirkonbestimmung geeignet.

Literatur: J. Amer. chem. Soc. 48, 895 = Chem. Zbl. 1926, I, 3498. — Techn. Mitt. Krupp, 3, 1 (1935) = Chem. Zbl. 1935, II, 2410.

Zu quantitativen Zwecken kann weiterhin **Kupferron** (siehe Aluminium) verwendet werden. Das Reagens ermöglicht die Trennungen Zirkon-Aluminium und Zirkon-Uran.

Literatur: J. Amer. chem. Soc. 39, 2358 (1917) = Chem. Zbl. 1918, I, 475. — Gazz. chim. ital. 51, I, 285 = Chem. Zbl. 1921, IV, 559.

Alizarin und **Alizarin S** liefern wie mit Aluminium (siehe dieses) einen roten Farblack, der eine empfindliche Nachweismöglichkeit bietet. Auch als Tüpfelprobe geeignet.

Literatur: Chem. Weekbl. 21, 404 (1924) = Chem. Zbl. 1925, I, 133. — Mikrochemie 4, 199 (1926). — Feigl, „Tüpfelreaktionen“.

Versetzt man eine salzsaure Zirkonlösung mit β -Nitroso- α -Naphthol (siehe Kobalt), so erhält man eine kräftige Rotfärbung. Als Tüpfelnachweis ausgeführt, gestattet die Reaktion 0,2 γ Zirkon zu erkennen. Das isomere α -Nitroso- β -Naphthol ist für den Zirkonnachweis weniger geeignet, da sein Zirkonylsalz eine unscheinbarere grüngelbe Färbung besitzt.

Literatur: Chem. Zbl., 1924, I, 2531. — Feigl, „Tüpfelreaktionen“.

Organische Metallreagenzien „Merck“

Name des Präparates	Zum Nachweis bzw. zur Bestimmung von:
Alizarin für die Mikroanalyse	Al Zr
Alizarinsulfosaures Natrium für die Mikroanalyse	
Aminobenzoesäure, ortho (Anthranilsäure) zur Analyse	Pb Cd Co Cu Ni Hg Zn
Anthranilsäure siehe Aminobenzoesäure, ortho-	
Aurintricarbonsäure (Ammoniumsalz) zur Analyse	Al Be
Benzidin zur Analyse und für die Mikroanalyse	Pb Ce Cr Au Cu Mn Tl W
Benzildioxim, α - (Diphenylglyoxim, α -) zur Analyse	Ni
Benzoinoxim, α - (Cupron) zur Analyse und für die Mikroanalyse	Cu Mo
Benzopurpurin für die Mikroanalyse	Mg
Brenzkatechin für die Mikroanalyse	Ti
Chinaldinsäure zur Analyse und für die Mikroanalyse	Cd Fe Cu U Zn
Chromotropsäure für die Mikroanalyse	Cr Ti
Cinchonin	Bi
Cinchoninhydrochlorid für die Mikroanalyse	W
Diazingrün für die Mikroanalyse	Sn
5,7-Dibrom-8-Oxychinolin (Bromoxin) zur Analyse und für die Mikroanalyse	Fe Cu Ti V
Dicyandiamidinsulfat zur Analyse	Ni
Dimethylaminbenzylidenrhodanin zur Analyse und für die Mikroanalyse	Au Cu Pd Hg Ag

Dimethylglyoxim zur Analyse und für die Mikroanalyse	Fe Ni Pd V Bi Sn
1,8-Dioxynaphthalin-3,6-disulfosäure siehe Chromotropsäure	
Diphenylcarbazon für die Mikroanalyse	Cd Cr Mg Hg
Diphenylcarbazon zur Analyse und für die Mikroanalyse	Hg
Diphenylthiocarbazon (Dithizon) für die Mikroanalyse	Pb Cd Cu Hg Ag Zn
Dipikrylamin (Hexanitrodiphenylamin) zur Analyse und für die Mikroanalyse	K
α , α' -Dipyridyl für die Mikroanalyse	Fe Mo
<u>Dithizon siehe Diphenylthiocarbazon</u>	
Isonitrosoacetophenon für die Mikroanalyse	Fe
Kakothelin für die Mikroanalyse	V Sn
Kupferron für die Mikroanalyse	Al Fe Ga Cu Th Ti Bi Zr
Mercaptobenzthiazol zur Analyse und für die Mikroanalyse	Pb Cd Au Cu Tl Bi
Morin für die Mikroanalyse	Al
β -Naphthochinolin (Naphthin) zur Analyse	Cd Bi
Natriumdiäthylthiocarbamat für die Mikroanalyse	Cu
Natriumrhodizonat zur Analyse	Ba
5-Nitrobarbitursäure (Dilitursäure) zur Analyse und für die Mikroanalyse	K
p-Nitrobenzol-azo- α -Naphthol für die Mikroanalyse	Mg
α -Nitro- β -Naphthol zur Analyse	Co Pd
Nitrophenolarsinsäure für die Mikroanalyse	Cd
α -Nitroso- β -Naphthol zur Analyse und für die Mikroanalyse	Co Pd

β -Nitroso- α -Naphthol für die Mikroanalyse	Co Zr
Oxalendiuramidoxim zur Analyse	Ni
8-Oxychinolin (Oxin) zur Analyse und für die Mikroanalyse	Al Mg Ti Bi Zn
o-Phenanthrolinhydrochlorid für die Mikroanalyse	Fe
Phenylarsinsäure zur Analyse	Th Sn Zr
Phenylhydrazin zur Analyse und für die Mikroanalyse	Mo
Pikrolonsäure zur Analyse	Pb Ca Th
Pyrogallol, doppelt sublimiert, zur Analyse und für die Mikroanalyse	Sb Bi
Rhodamin B für die Mikroanalyse	Sb
Rubeanwasserstoffsäure für die Mikroanalyse	Co Cu Ni Ru
Salicylaldoxim zur Analyse und für die Mikroanalyse	Cu Pd
Sulfoharnstoff für die Mikroanalyse	Os Ru Se Te Bi
Sulfosalicylsäure zur Analyse	Fe
Tannin zur Analyse	Al Fe Ga Ta Th Ti U V W
1, 2, 5, 8-Tetraoxyanthrachinon (Alizarinbordeaux, Chinalizarin) zur Analyse und für die Mikroanalyse	Al Be Ga Mg
Tetraoxychinon-dinatriumsalz zur Analyse	Ba
Thioglykolsäure- β -aminonaphthalid siehe Thionalid	
Thionalid zur Analyse	Cu Hg Ag Tl Bi
Titangelb für die Mikroanalyse	Mg
Toluol-3,4-dithiol (Dithiol) zur Analyse und für die Mikroanalyse	Sn
Uranylammoniumacetat für die Mikroanalyse	Na
Uranylzinkacetat für die Mikroanalyse	

Dimethylglyoxim zur Analyse und für die Mikroanalyse Fe Ni Pd V Bi Sn
 1,8-Dioxynaphthalin-3,6-disulfosäure siehe Chromotropsäure
 Diphenylcarbazon für die Mikroanalyse Cd Cr Mg Hg
 Diphenylcarbazon zur Analyse und für die Mikroanalyse Hg
 Diphenylthiocarbazon (Dithizon) für die Mikroanalyse Pb Cd Cu Hg Ag Zn
 Dipikrylamin (Hexanitrodiphenylamin) zur Analyse und für die Mikroanalyse K
 α , α' -Dipyridyl für die Mikroanalyse Fe Mo
Dithizon siehe Diphenylthiocarbazon
 Isonitrosoacetophenon für die Mikroanalyse Fe
 Kakothelin für die Mikroanalyse V Sn
 Kupferron für die Mikroanalyse Al Fe Ga Cu Th Ti Bi Zr
 Mercaptobenzthiazol zur Analyse und für die Mikroanalyse Pb Cd Au Cu Tl Bi
 Morin für die Mikroanalyse Al
 β -Naphthochinolin (Naphthin) zur Analyse Cd Bi
 Natriumdiäthylthiocarbamat für die Mikroanalyse Cu
 Natriumrhodizonat zur Analyse Ba
 5-Nitrobarbitursäure (Dilitursäure) zur Analyse und für die Mikroanalyse K
 p-Nitrobenzol-azo- α -Naphthol für die Mikroanalyse Mg
 α -Nitro- β -Naphthol zur Analyse Co Pd
 Nitrophenolarsinsäure für die Mikroanalyse Cd
 α -Nitroso- β -Naphthol zur Analyse und für die Mikroanalyse Co Pd

β -Nitroso- α -Naphthol für die Mikroanalyse Co Zr
 Oxalendiuramidoxim zur Analyse Ni
 8-Oxychinolin (Oxin) zur Analyse und für die Mikroanalyse Al Mg Ti Bi Zn
 o-Phenanthrolinhydrochlorid für die Mikroanalyse Fe
 Phenylarsinsäure zur Analyse Th Sn Zr
 Phenylhydrazin zur Analyse und für die Mikroanalyse Mo
 Pikrolonsäure zur Analyse Pb Ca Th
 Pyrogallol, doppelt sublimiert, zur Analyse und für die Mikroanalyse Sb Bi
 Rhodamin B für die Mikroanalyse Sb
 Rubeanwasserstoffsäure für die Mikroanalyse Co Cu Ni Ru
 Salicylaldoxim zur Analyse und für die Mikroanalyse Cu Pd
 Sulfoharnstoff für die Mikroanalyse Os Ru Se Te Bi
 Sulfosalicylsäure zur Analyse Fe
 Tannin zur Analyse Al Fe Ga Ta Th Ti U V W
 1, 2, 5, 8-Tetraoxyanthrachinon (Alizarinbordeaux, Chinalizarin) zur Analyse und für die Mikroanalyse Al Be Ga Mg
 Tetraoxychinon-dinatriumsalz zur Analyse Ba
 Thioglykolsäure- β -aminonaphthalid siehe Thionalid
 Thionalid zur Analyse Cu Hg Ag Tl Bi
 Titangelb für die Mikroanalyse Mg
 Toluol-3,4-dithiol (Dithiol) zur Analyse und für die Mikroanalyse Sn
 Uranylammoniumacetat für die Mikroanalyse Na
 Uranylzinkacetat für die Mikroanalyse Na

ENDING

CODE DESIGNATIONS AND ROLL NUMBER

9

SENDING STATION
CODE DESIGNATION

ROLL
NUMBER

RECEIVING STATION
CODE DESIGNATION

DATE PHOTOGRAPHED

June 6 1945

photographed by
CARL D. MURRAY SP4S76
USNR.

