Tabellentafel 7.

Nr.	Bezeichnung	Herkunft	Asche								Schwelkoksstand				Festigkeit d. Preßlinge		Asphalt aus der						
			H_2O Anf.	Kon-	Test-	Menge im	Schmelzpunkt		Schwel-	Heizwert		Elementar-analyse			vor	nach	Amlie-	Asche-	Kest.	Kest.			
				lyse	kohle	Ofen	Schwel-	erpl.	red.	kunst.	Ho	Hu	C	H	d. Schwelen		fergs.	gehalt	subst.	koks			
			%	%	%	%	%	°C	°C	%	%	Kcal	Kcal	%	%	kg/cm²	kg/cm²	%	%	%	%			
1	Braunkohle Schwel-Zentral		5	15,4	6,3	4,50	13,04	1320	1329	68,4	25,5	9145	8820	89,48	6,03	-	-	20,8	807,0	315,0	81,6	-	-	
												7591	7460	82,78	2,43									
				85,0	13,9	(mit Dolgoit und Spülkoks)																		
						Kernkoksausbeute				72,4														
2	[illegible] Zentral-Schwelerei		5,7	20,7	10,7	3,40	13,74	1340	1359	9,8	77,3	7658	7393	78,66	4,91	-	-	-	-	-	-	-	-	3,-
				85,7	13,7	(mit Dolgoit und Spülkoks)						7607	7459	85,51	2,75									
3	[illegible] Ost-Schwel	Ostfeld	10,6	17,6	7,0	3,00	11,40	1330	1349	67,0	21,0	8611	8312	85,56	5,62	-	-	13,4	305,0	44,6	63,8	-	-	-
				84,7	15,3	(mit Dolgoit und Spülkoks)						7480	7337	81,80	2,65									
4	[illegible]											7091	6970	74,09	4,10	-	-	-	-	-	-	-	-	-
5	[illegible]	Ostfeld	1,6	17,0	14,4	4,50	14,34	1310	1350	70,4	15,0	9789	8474	85,93	5,82	-	-	36,2	742,0	292,0	241,0	0,98	-	-
												7440	7300	81,54	2,59	-	-					1,14	m. Dolgoit	
6	[illegible]											5743	5598	60,21	2,64	-	-	-	-	-	-	-	-	-
7	[illegible]						14,03	1320	1340	69,7	-	8802	8487	86,58	5,82	-	-	33,0	760,0	330,0	-	-	-	-
												7472	7332	82,03	2,60									
8	[illegible]											5572	5532	60,98	2,59	-	-	-	-	-	-	-	-	-
9	[illegible]		3,4	53,8	42,8	3,00	5,47	1320	1330	19,8	73,4	7642	7575	80,04	4,95	-	68,5 bis 142,5	-	-	8,1	7,5	0,92	-	-
												7518	7469	81,74	2,76	-		-	-	-	-	1,06	m. Dolgoit	
10	[illegible]		2,8	28,2	72,0	3,00	5,10	1300	1330	19,8	72,7	7839	7501	79,65	5,14	-	248	-	-	6,0	6,2	0,79	-	-
												7665	7514	83,55	2,80		255 bis 258					0,90	m. Dolgoit	
11	[illegible]			31,0	68,0	(mit Dolgoit und Spülkoks)																		
12	[illegible]		0	-	0,0	0,0	-	-	-	16,8	67,8	0,0	0,0	0,0	0,0	-	100 bis 98	-	-	4,7	6,7	0,90	0,97	3,-
13	[illegible]		6,0	-	0,0	0,0	-	-	-	7,9	88,0	0000	0000	0,0	0,0	-	103 bis 97,5	-	-	4,7	5,1	0,83	0,97	4,-

Zahlentafel 8

Menge und Zusammensetzung des Schwelgases bei Schwelung der Gemische aus Hydrierprodukt und Steinkohle.

Versuchs Nr. entspr. Zahlentafel 7	Bezeichnung	Menge in Ltr./100 g Trockensubstanz Ltr. 0°/760	Gas-Analyse CO_2 %	H_2S %	C_nH_m %	O_2 %	N_2 %	CO %	Zunahme %	C_nH_{2n+2} %	H_2 %	C-Gehalt im Gas g/100 Trockensubst.
1	Anreiböl Scholven vom 15.11.38 Original	4.0	3.3	0.8	0	0	55.5	2.7	8.8	22.9	15.8	0.79
2	Steinkohle Zeche Kaiserstuhl Original	6.8	5.7	3.7	3.5	0	19.4	7.3	14.3	36.7	3.7	3.12
3	Kohlebrei für Ofen 104 Original	4.2	3.5	5.1	2.0	0	47.2	2.1	10.5	29.4	10.7	1.04
4	Entschlammung Ofen 104 vom 11./12.12.38 Frischgasversuch	5.5	4.0	1.8	1.6	0	43.9	2.2	5.9	16.4	30.1	0.88
5	Entschlammung Ofen 104 vom 14./15.12.38 Methanolgasversuch	4.3	0.5	1.2	2.0	0	56.8	2.0	8.1	23.4	14.0	0.83
6	85 Teile Steinkohle Zeche Kaiserstuhl 15 Teile Entschlammung Ofen 104	6.4	4.5	4.3	4.7	0	18.3	6.1	21.0	62.1	0	3.21
8	87.5 Teile Gasflammkohle Brassert Marl 12.5 Teile Entschlammung Ofen 104	6.9	6.5	1.7	3.9	0	17.7	2.5	18.7	54.6	13.1	3.12
9	87.5 Teile Anthrazit 12.5 Teile Entschlammung Ofen 104	4.9	6.5	1.1	0.7	0	34.3	2.5	6.0	32.3	22.6	1.18

möglich. Es wird bei der Steinkohle ein Abbau von 85 % erzielt, und die mit der Entschlammung im Gemisch mit Kohle hergestellten Schwelkokse haben beinahe die Eigenschaft eines Hochtemperaturkokses. Das Mischungsverhältnis von Entschlammung und Kohle ist an enge Grenzen gebunden. Wird die anteilige Entschlammungsmenge unterschritten, so wird der Koks lockerer, und wird dieselbe überschritten, so wird der Koks härter, zerfällt aber in kleine Stücke.

3) Aufarbeitung der Entschlammung der Hydrierung Scholven durch Schwelen im Gemisch mit Kohle.

Da der Asphaltgehalt in der Entschlammung der Steinkohle-Hydrierung sehr groß ist, so lag der Gedanke nahe, daß auch mit der normalen Entschlammung der Steinkohle-Hydrierung fester stückiger Koks hergestellt werden kann, falls das Mischungsverhältnis zwischen Entschlammungsprodukt und Kohle richtig eingehalten wird. Zunächst wurde das Entschlammungsprodukt der Hydr. „ Scholven " im Original der Schwelung und Extraktion unterworfen und das Schwelausbringen zu dem Ausbringen an Extraktprodukten ins Verhältnis gesetzt. Hierbei wurde die Extraktmenge einmal nach der Pyridinmethode und einmal nach der im Betrieb angewandten Benzolmethode bestimmt. Da bei der Anwendung von Pyridin auch Kohlestoffstoffe aufgelöst wird, ist die nach der Pyridinmethode bestimmte Extraktmenge größer als die bei der Benzolmethode festgestellte Menge der Extraktstoffe. So beträgt z.B. bei Scholven die Extraktmenge nach der Pyridinmethode 77,4 % und nach der Benzolmethode 56,3 %. Die Ergebnisse mit der Pyridinmethode sind in der Zahlentafel 9 mit aufgenommen; es sollen aber hier nur die Ergebnisse mit der im Betrieb üblichen Benzolmethode Berücksichtigung finden. Die Schwelteerausbeute aus der Entschlammung beträgt 41,8 % bei der gewöhnlichen Schwelung und 49,6 % bei der Dampfschwelung. Demnach beträgt die Ausbeute an Schwelteer 74 % ohne Dampfzusatz und 88 % bei der Dampfschwelung, bezogen auf die Extraktmenge.

Mit der Entschlammung wurden nunmehr Mischungen mit verschiedenen Kohlen hergestellt, wobei die Verhältnisse so eingehalten wurden, daß ein guter,

fester und stückiger Koks entsteht. Mit der Kohle der Zeche „Kaiserstuhl" beträgt das günstigste Verhältnis 91 Teile Kohle und 9 Teile Entschlammung. Hierbei wird ein Koks mit einer Festigkeit von 80 bis 115 kg/cm^2 erzielt. Die Schwelteerausbeute beträgt 83 % bei gewöhnlicher und 99 % bei Dampfschwelung. In der Zahlentafel 9 sind die einzelnen Ergebnisse zusammengestellt. Insbesondere sind hier auch die Untersuchungen der angewandten Steinkohlen angeführt.

Das beste Mischungsverhältnis von Entschlammung zu Anthrazitkohle liegt bei 12,5 Teilen Entschlammung und 87,5 Teilen Kohle. Bei oberschlesischer Kohle der Castellengogrube liegt das Verhältnis bei 80 Teilen Kohle und 20 Teilen Entschlammung. Hierbei wird ein Koks erzeugt, dessen Härte zwischen 111 und 130 kg/cm^2 liegt. Beachtenswert ist hierbei, daß eine Veränderung des Verhältnisses der Mischung auf 85 Teile Kohle und 15 Teile Entschlammungsprodukt bereits zu einem vollkommen unbrauchbaren Koks führt, der nur eine Härte von 12,1 bis 15,7 kg/cm^2 zeigt. Gasflammkohle Ruhr, Zeche „Brassert", Marl, mit 39,5 % flüchtigen Bestandteilen und einem Schwelteergehalt von 11,4 % zeigt das beste Mischungsverhältnis bei 12,5 Teilen Entschlammung und 87,5 Teilen Kohle. Hierbei wird ein fester stückiger Koks gewonnen. Die Schwelteerausbeute betrug 16,8 %.

Weiter wurden zwei Saarkohlen untersucht, wovon eine von der Burbacher Hütte stammt, während die andere von den Hochdruckversuchen Lu zur Verfügung gestellt wurde und deren Herkunft uns nicht bekannt ist. Hierbei zeigte die Kohle der Burbacher Hütte 32,2 % flüchtige Bestandteile und 8 % Teer. Diese Kohle verlangt ein Mischungsverhältnis von 80 Teilen Kohle und 20 Teilen Entschlammung, um einen festen stückigen Koks zu erzielen. Die zweite Kohle mit 35,9 % flüchtigen Bestandteilen und 13,5 Teilen Teer verlangt dagegen eine Mischung von 87,5 Teilen Kohle und 12,5 Teilen Entschlammung, um einen guten Koks zu erzielen. Weiter wurde festgestellt, daß eine Brikettierung des Gemisches von Entschlammung und Steinkohle für die Erzeugung von festem Koks nicht

Tabelle Nr. 9.

Aufbereitung der Entschlammungsprodukte der Hydrierung Scholven im Gemisch mit Steinkohle zur Erzeugung eines festen Kokses.

aus verschiedenen Kohlen.

Vers. Nr.	Bezeichnung	Mischung	Angewandt: H2O Auf-nähme-ver %	Ex-trakt Pyridin %	Fest-subst %	Ex-traktsubst. Benzol %	Fest-subst %	Asche: Menge im Orig. %	Schwelasche %	Schmelzpunkt oxyd. °C	red. °C	Schwelrückstand: Schwel-Teer %	Menge %	Heizwert Ho kcal	Heizwert Hu kcal	Elementaranalyse C %	Elementaranalyse N %	Festigkeit d. Preßlinge vor nach d. Schwelen kg/cm²	kg/cm²	Asphalt bezogen auf: Anlieferungszust. %	Asche-gehalt %	Fest-subst Pyrid. (Benzol) %	Schw.-rückst. %	Verhältnis Theer:Rückst. Ausbeute bez. Extr. 1 :	auf Teer 1 :	Fl. Gas bestd. teil. in Mmol
1	[illegible] Original		0,0	77,4	22,7	56,3	43,4	8,44	14,38	1180	1200	41,8	47,0	8359	8096	84,66	4,86	-	-	49,1	582,0	222,0	16,0	0,54	Pyridin	
														7195	7066	79,36	2,37					(113,9)		0,64	Pyridin	
										Dampfschwelung			49,6												0,88	Benzol	
	[illegible]	dto.	0,0	77,4	22,7	-	-	35,38	-	-	-		-	5138	5029	55,22	2,02	Extraktionsrückstand mit Pyridin						-	-	-
	[illegible]	dto.	0,0		-	56,3	42,7	31,10	-	-	-	-	-	5395	5275	59,69	2,23	Extraktionsrückstand mit Benzol						-	-	-
2	[illegible] Rechte	Original	1,3	-	-	1,7	80,7	5,89	7,74	1340	1390	9,8	77,3	7658	7393	78,66	4,91	-	-	-	-	-	-	5,76	-	30,1
	[illegible] Kohle													7607	7459	83,51	2,75	Anteil der Steinkohle an Schwelausbeute 9,8 %								
3	[illegible] 9 Entschl. Scholv. [illegible] 91 Steinkohle Kaiserstuhl		0,8	26,5	78,0	9,9	91,0	6,17	8,42	1290	1300	11,7	74,5	7748	7483	78,61	4,91	113 - 115		-	-	5,7		0,84	0,93	-
														7624	7474	82,51	2,78	80 - 84,5				(4,9)	5,9	1,01	1,06	-
4	[illegible]	Original	8,9	-	-	0,4	100,0	5,08	4,93	1520	1570	0,6	94,4	8419	8219	89,62	3,70	-	-	-	-	-	-	1,5	-	8,6
										Dampfschwelung		0,5		8084	7890	87,42	2,92									
5	[illegible] Anthrazit [illegible] Entschlammung Scholven		0,0	-	-	9,0	90,9	3,45	4,24	1290	1300	5,1	90,4	8292	8081	87,79	3,90	103-94,5		-	-	6,8	6,8	0,66	0,89	-
										Dampfschwelung		7,6		8069	7898	87,45	3,17							0,82	0,91	Dampf
6	[illegible] Kohle Ruhr	Original	0,4	-	-	0,7	99,8	5,01	7,18	1300	1510	5,2	85,0	8082	7841	83,70	4,46	-	-	-	-	-	-	7,4	-	18,6
														7763	7611	84,91	2,82									
7	[illegible] Kohle Ruhr	Original	4,4	-	-	1,0	100,0	4,61	7,43	1300	1300	11,4	73,8	7718	7453	78,44	4,91	-	-	-	-	-	-	11,4	-	30,5
	[illegible] Karl									Dampfschwelung		12,7		7690	7542	83,81	2,75									
8	[illegible] Braunkohle		8,0	-	-	7,6	92,0	6,2	9,2	1280	1310	16,5	72,0	7886	7810	79,0	5,10	-	-	-	-	-	-	-	-	-
	[illegible] Entschl. Scholven													7610	7452	82,40	2,90									
9	[illegible] Dur- [illegible]	Original	3,2	-	-	0,4	99,6	11,48	17,61	1310	1330	8,5	75,6	6843	6611	69,75	4,25	-	-	-	-	-	-	27,0	Anteil	52,2
										Dampfschwelung		8,0		6885	6751	75,21	2,49							20,0	Dampf	
10	[illegible] Fettkohle		0,0	-	-	3,7	95,5	-	18,23	1290	1290	14,6	70,5	-	-	-	-	107-132		-	-	10,3	13,8	0,88	0,99	
	[illegible] Entschl. Scholven									Dampfschwelung		15,4		6790	6652	73,54	2,5	175						0,92	0,94	Dampf
11	[illegible]	Original	3,4	-	-	0,5	98,5	8,0	12,75	1330	1330	13,5	71,3	7340	7072	75,65	4,97	-	-	-	-	-	-	27,0	-	35,3
														7120	6794	77,97	2,71	-	-	-	-	-	-	23,0	Dampf	
	[illegible] Fettkohle Lu [illegible] Entschl. Scholven		1,2	-	-	9,5	91,6	-	10,87	1290	1300	14,5	73,4	7390	7251	80,81	2,57	-	-	-	-	6,79	8,47	0,77	0,85	
										Dampfschwelung		26,7	71,8											0,91	0,91	Dampf
	[illegible] Flammkohle		5,5	-	-	0,6	100,0	19,65	27,34	1280	1300	8,8	73,3	6182	5984	66,08	3,66									
	[illegible] Original									Dampfschwelung		9,8	-	6074	5947	65,99	2,36	-	-	-	-	-	-	11,0	-	30,5
	[illegible] Gas-Kohle [illegible] Entschl. Scholven		1,0	-	-	16,0	83,5	19,01	20,06	1250	1260	14,1	73,7	6475	6254	67,76	4,09	129,8/111,2		-	-	11,9	13,4	0,77	0,91	
										Dampfschwelung		15,0	-	6477	6321	71,45	2,89							0,78	0,84	Dampf
	[illegible] Fettkohlengas-Kohle [illegible] Entschl. Scholven		-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	12,1/15,7		-	-	-	-	-	-	-

unbedingt notwendig ist. Man kann auch einen guten stückigen Koks bei loser Einführung des Gemisches in den Schwelofen erzielen; hierbei ist zweckmäßig der Anteil der Entschlammung um einige Prozente zu erhöhen.

Hieraus geht hervor, daß die Menge der zugesetzten Entschlammung der Kohle abhängig ist, erstens von dem eigenen Teergehalt der Kohle, und zweitens von dem Gehalt der flüchtigen Bestandteile. Diese Beobachtung deckt sich mit meinem früheren Feststellung über die „ Abhängigkeit der Backfähigkeit von Kohlen, " wobei die allgemeine Regel aufgestellt werden konnte, daß für die Backfähigkeit eine gewisse Abhängigkeit zwischen Teergehalt und dem Gehalt an flüchtigen Bestandteilen maßgebend ist [X]). Es ist interessant, daß durch den künstlichen Zusatz von asphalthaltigen Stoffen, wie es das Entschlammungsprodukt darstellt, auf den für die Backfähigkeit erforderlichen natürlichen Bitumengehalt dieselbe Wirkung auf die Koksbildung ausgeübt wird, wie eine erhöhte Menge des natürlichen, in der Kohle enthaltenen Bitumengehaltes.

Die bei der Schwelung erzeugten Gasmengen und deren Zusammensetzung sind aus der Zahlentafel 10 zu entnehmen.

Aus den Ergebnissen ist zu erkennen, daß mit der normalen Entschlammung einer Steinkohlenhydrierung im Gemisch mit einer an und für sich bei der Schwelung keinen festen Koks liefernden Kohle, ein fester und stückiger Koks unter Gewinnung von Schwelteer erzeugt werden kann. Gleichzeitig ist zu erkennen, daß bei dem in engen Grenzen einzuhaltenden Mischungsverhältnis zwischen Kohle und Entschlammungsprodukt, das bei etwa 10 - 20 % Entschlammungsprodukt zu 80 bis 90 % Kohle liegt, eine verhältnismäßig große Menge festen, stückigen Kokses erzeugt werden kann, was durch die verhältnismäßig hohe Wertverbesserung gegenüber der Steinkohle einen besonderen wirtschaftlichen Anreiz bieten dürfte. Dieser wirtschaftliche Vorteil der Erzeugung von festem stückigem Koks aus einer sonst für diese Zwecke ungeeigneten Kohle, dürfte durch die gleichzeitige

X) Brennstoff-Chemie 1924, Seiten 365 und 384.

Zahlentafel 10.

Menge und Zusammensetzung des Schwelgases bei Schwelung der Gemische aus Hydrierrückstand und Steinkohle.

Versuchs Nr. entspr. Zahlentafel 9	Bezeichnung		Menge in Ltr./100 g Trockensubstanz Ltr. 0°/760	Gas-Analyse CO_2 %	H_2S %	C_mH_n %	O_2 %	H_2 %	CO %	Summe %	$CH_4+C_2H_6$ %	N_2 %	Q-Gehalt in Cal g/100 Trockensubst.
2	Steinkohle Zeche Kaiserstuhl	Original	6,8	5,7	3,7	3,5	0	19,4	7,3	14,3	36,7	5,7	3,12
3	91 Teile Steinkohle Zeche Kaiserstuhl 9 Teile Entschlammung Scholven		6,8	7,0	2,6	3,8	0	16,3	3,8	16,8	47,8	13,7	2,50
4	Anthrazit (Leuna)	Original	4,3	3,6	1,0	1,8	0	39,6	2,2	3,5	42,9	8,9	1,20
5	87,5 Teile Anthrazit (Leuna) 12,5 Teile Entschlammung Scholven		4,0	3,5	0,7	2,2	0	42,8	2,8	3,9	43,8	4,2	1,27
6	Fettkohle Ruhr	Original	6,7	5,2	1,2	2,8	0	28,8	6,5	11,9	55,2	0,3	2,82
7	Gasflammkohle Ruhr, Zeche Brassert Marl	Original	7,2	8,7	2,0	2,9	0	18,7	9,7	8,8	53,0	5,0	3,09
8	87,5 Teile Gasflammkohle Brassert Marl 12,5 Teile Entschlammung Scholven		7,5	9,1	1,8	3,0	0	17,8	6,5	13,1	47,8	14,0	3,12
9	Saarkohle Burbacher Hütte	Original	8,3	11,8	1,8	3,0	0	20,0	7,2	11,5	54,3	1,9	3,76
10	80 Teile Saarkohle Burbacher Hütte 20 Teile Entschlammung Scholven		6,6	15,0	2,2	2,6	0	22,3	5,2	9,5	42,6	10,1	2,96
11	Saarkohle Lu.	Original	8,7	8,7	2,9	3,3	0	14,4	7,0	11,0	53,3	10,4	3,77
12	87,5 Teile Saarkohle Lu 12,5 Teile Entschlammung Scholven		8,6	11,9	2,9	2,7	0	10,4	5,3	11,0	43,5	23,3	3,44
13	Castellengo-Flammstaubkohle Oberschlesien	Orig.	6,3	13,5	1,5	3,0	0	18,2	9,4	9,9	51,1	2,5	2,89
14	80 Teile Castellengo-Flammstaubkohle 20 Teile Entschlammung Scholven		8,5	12,6	1,4	2,2	0	20,1	5,2	7,2	36,0	22,5	2,78

Gewinnung des Schwelteeres noch erhöht werden. Da diese Verarbeitungsmöglichkeit aber nur im Zusammenhang mit der Hydrierung gegeben ist, so ist gleichzeitig die Hydrierung in ein aussichtsreiches Verarbeitungssystem für seither wirtschaftlich nicht recht zu verwertende Kohle eingeschaltet, so daß hierdurch für die Anwendung der Hydrierung vielleicht ein neues Anwendungsgebiet erschlossen werden kann.

4) Produktschema bei der Kurzhydrierung von Saarkohle und Aufarbeitung der hierbei anfallenden Entschlammung durch Schwelen im Gemisch mit Saarkohle.

Für die Berechnung werden folgende Zahlen zu Grunde gelegt : X)

In die Hydrierung werden eingesetzt pro Stunde 3760 g Kohle (trocken) und 4015 g pro Stunde Anreiböl. In 3665 g/Std. Entschlammung sind 2920 g Öl bezw. Extraktölähnliches enthalten, davon sind 287 g Asphalt und 745 g Feststoffrückstand. Die Ölneubildung betrug 2516 g. Hieraus errechnen sich folgende praktischen Zahlen :

Der Feststoffgehalt in der Entschlammung beträgt 20,3 %. Bei der Annahme, daß im praktischen Betrieb der Feststoffgehalt auf 30 % bezw. 40 % erhöht werden kann, errechnen sich folgende praktischen Entschlammungsmengen :

Feststoffgehalt der Entschlammung bezw. nach deren Schleudern	20,3 %	30 %	40 %
Entschlammungsmengen	3665 g	2480 g	1860 g
darin Festes	745 g	745 g	745 g
darin Öl bezw. Extraktstoffe	2920 g	1735 g	1115 g
Rechnet auf 1 t Steinkohleeinsatz in Hydrierung (trocken) :			
Entschlammungsmenge	974 kg	659 kg	494 kg
Öl in Entschlammung	776 kg	461 kg	296 kg
Festes in Entschlammung	198 kg	198 kg	198 kg
Anreiböl	1066 kg	1066 kg	1066 kg
Ölneubildung	669 kg	669 kg	669 kg
Gesamtöl (theoretisch)	1735 kg	1735 kg	1735 kg
davon in Abstreifer bezw. Schleuderöl	959 kg	1274 kg	1439 kg
Praktisches Ausbringen an Öl in Schwelerei (70%)	543 kg	323 kg	207 kg

X) Hierbei sind vorläufige Ergebnisse der Höchdruckversuche zu Grunde gelegt.

Bezogen auf 1 t Steinkohleeinsatz in Hydrierung (trocken).

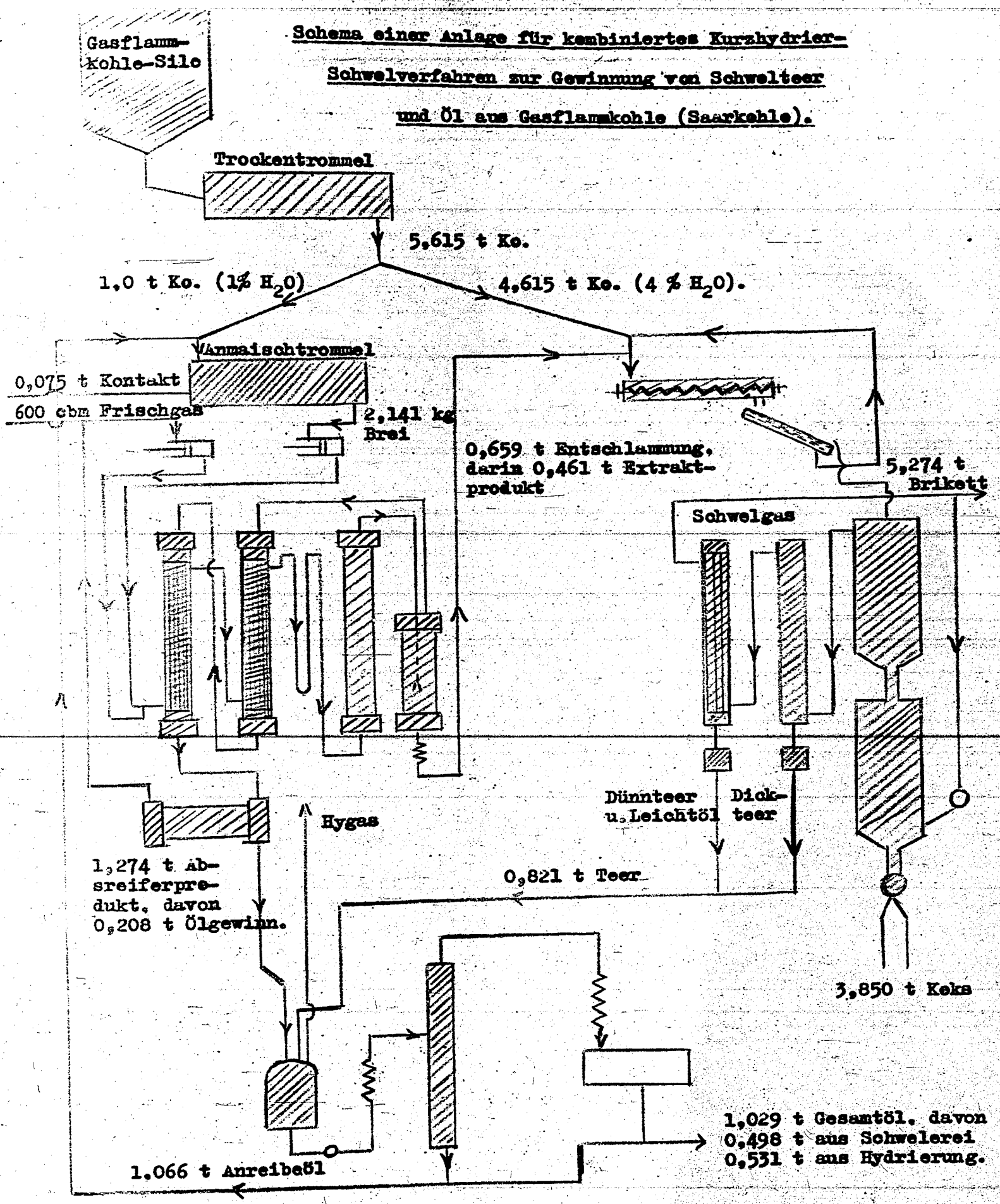
	20,3 %		30 %		40 %	
	I	II	I	II	I	II
Steinkohle für Schwelerei :						
I = Burbacher Kohle (80 : 20)	3900		2640		1975	
II = Saarkohle (Lu) (87,5 : 12,5)		6820		4615		3460
Entschlammung	974	974	659	659	494	494
Steinkohle und Entschl.-Gemisch	4874	7794	3299	5274	2469	3954
Schwelteer aus Kohleanteil (80 % d. Fischerschwelung)	250	736	169	498	126,5	374
Öl und Schwelteer in Schwelerei	686 x)	1172 x)	492	821	333,5	581
Ölgewinn in Abstreifer nach Abzug des Anreibeöls	-	-	208	208	373	373
Praktisches Öl- u. Teerausbringen insgesamt	686	1172	700	1029	706,5	954
davon aus Kohle aus Schwelerei	250	736	169	498	126,5	374
aus Öl aus Hydrierung	436	436	531	531	580	580
Koksausbringen	3460	5700	2340	3850	1760	2900
Auf 1 t prakt. Ölausbringen wurden in Hydrierung gewonnen :						
Schwelteer	573	1685	318	938	218	645
Koksausbringen	7950	13000	4360	7230	3058	5000

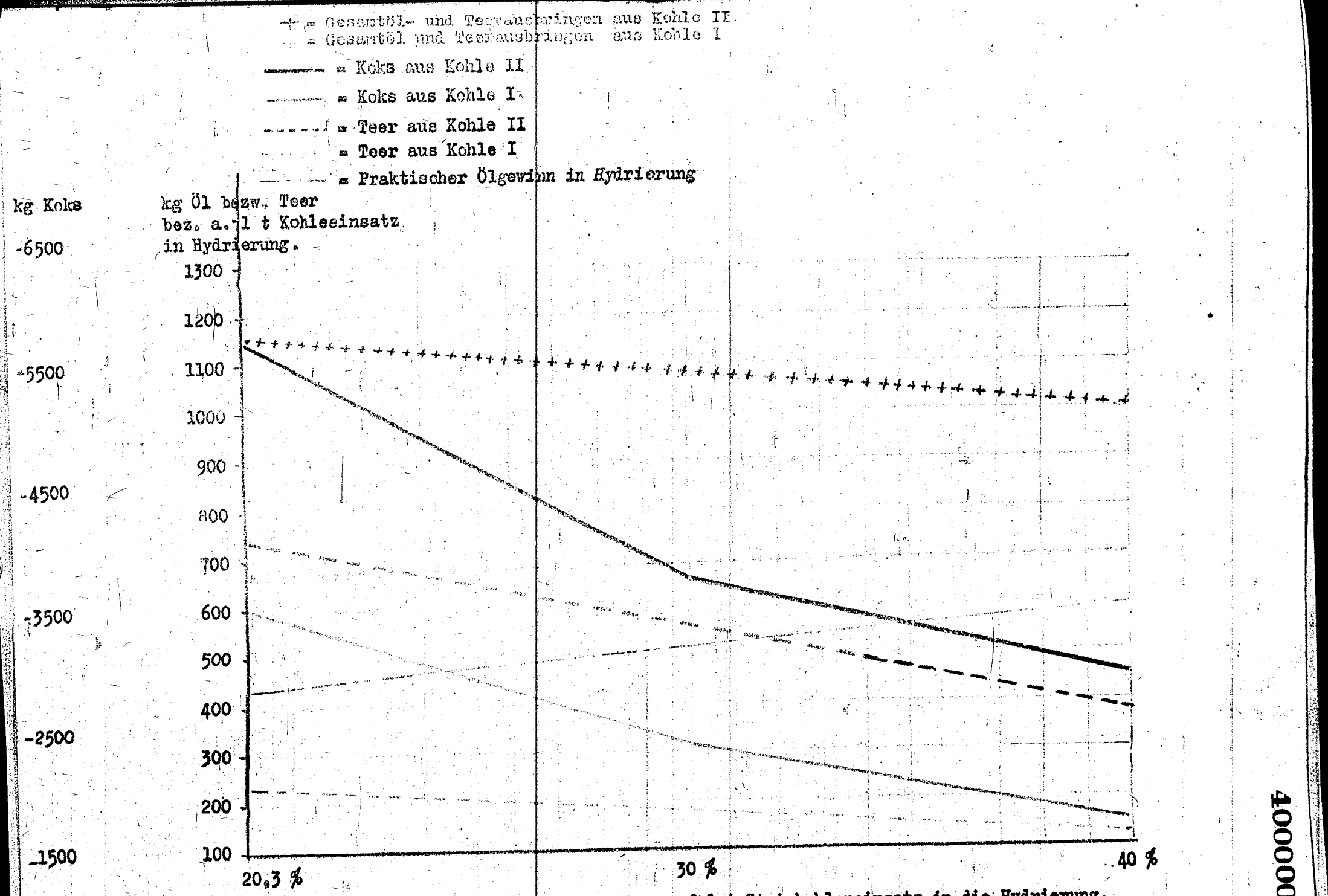
x) nach Abzug der anteiligen Anreibeölmenge.

Zusammenfassung.

Die Aufarbeitung der Entschlammung der Hydrierung durch Schwelen nach Mischen mit Kohle und Brikettieren, unter gleichzeitiger Erzeugung von festem Koks und Schwelteer, ist einmal abhängig von einem bestimmten Asphaltgehalt der Entschlammung und dann von der Aufbereitung der zuzusetzenden Kohle und dem angewandten Preßdruck. Der normale Schleuderrückstand der Hydrierung Leuna mit einem Asphaltgehalt von etwa 5 % ergibt bei einem Preßdruck von 400 kg/cm^2 keinen festen Koks, während die aus einer mit erhöhtem Durchsatz betriebenen Kam-

Schema einer Anlage für kombiniertes Kurzhydrier-Schwelverfahren zur Gewinnung von Schwelteer und Öl aus Gasflammkohle (Saarkohle).





Kurve 2. Ausbringen an Öl bezw. Teer und Koks bezogen auf 1 t Steinkohleneinsatz in die Hydrierung.

4000053

ner entstandene Entschlammung mit etwa 11 - 14 % Asphalt einen festen Koks ergibt. Vielleicht lassen sich auf der Ringwalzenpresse aus der normalen Entschlammung mit fein gemahlener Kohle ebenfalls brauchbare Briketts erzeugen.

Der Abbau in Ofen 1 einer mit 27 cbm Einspritzung betriebenen Kammer beträgt 90 - 92 %, der Asphaltgehalt der Entschlammung etwa 14 %, so daß die bei dieser intensiven Betriebsweise anfallende Entschlammung nach dem neuen Verfahren aufgearbeitet werden kann. Rückschlüsse auf den bei dieser Arbeitsweise gebildeten Ölgewinn, das Verhältnis zwischen Mittelöl zu Schweröl, auf die Ölqualität und die Vergasung, können nur in einer nach dieser Arbeitsweise betriebenen Kammer gezogen werden.. Ein solcher Großversuch wird zur Zeit durchgeführt.

Bei der Kurzhydrierung von Steinkohle in einer Rohrschlange wurde ein Abbau von 85 % erzielt, und die hierbei anfallende Entschlammung wurde im Gemisch mit Steinkohle durch Schwelen auf festen stückigen Koks und unter gleichzeitiger Gewinnung von Schwelteer gewonnen.

Diese Arbeitsweise wurde auf die Verarbeitung der Entschlammung der Steinkohlehydrierung Scholven ausgedehnt. Es konnte aus einem Gemisch von der Entschlammung Scholven und den verschiedensten Kohlen, wie Gasflammkohle vom Ruhrgebiet, Oberschlesien und Saargebiet, sowie Anthrazit und Fettkohle, ein fester und stückiger Koks hergestellt werden, wobei das Mischungsverhältnis zwischen Entschlammung zu Kohle etwa wie 10 - 20 % zu 80 - 90 % einzuhalten ist. Das beste Mischungsverhältnis ist von Kohle zu Kohle verschieden und ist jeweils zu ermitteln; nach den bis jetzt vorliegenden Ergebnissen hängt die der Kohle zuzusetzende Entschlammungsmenge von dem Bitumengehalt der Kohle ab und zwar muß die Entschlammungsmenge größer sein bei niedriger, oder kleiner sein, bei höherem natürlichen Bitumengehalt der Kohle.

Aus einer Saarkohle könnten bei der Hydrierung, bezogen auf 1 t praktischen Ölgewinn in der Hydrierung, nach dem angegebenen Verfahren 7,23 t Koks

und 938 kg Schwelteer bei 30 % Feststoffgehalt der Entschlammung gewonnen werden, und 13 t Koks und 1685 kg Schwelteer bei 20,3 % Feststoffgehalt in der Entschlammung.

Hieraus ist zu erkennen, daß ein großer wirtschaftlicher Anreiz in der Anwendung eines solchen Verfahrens für die Verarbeitung von jetzt zur Schwelung ungeeigneten Gasflammkohle zur Erzeugung von festem Koks und Schwelteer liegen kann, und daß die Hydrierung in ein derartiges Arbeitsprogramm mit Vorteil eingesetzt werden kann.

Für die Hydrierung ergibt sich der Vorteil, daß

1). durch die Bewältigung des Asphaltes außerhalb des Hochdrucks an Hochdruckraum gespart werden kann, und daß

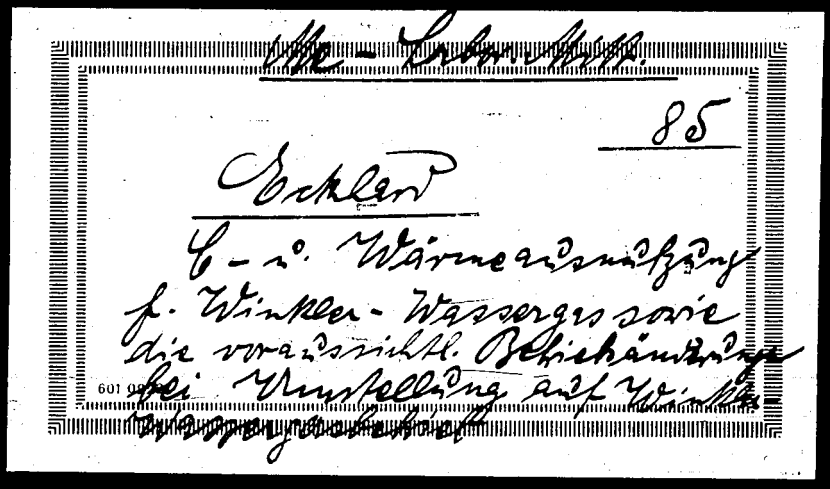
2). daß die mit Rücksicht auf die Asphaltverarbeitung vorgenommene Steigerung des Druckes von 200 auf 700 atü nicht mehr so notwendig ist wie bei der seitherigen Rückstandsaufarbeitung.

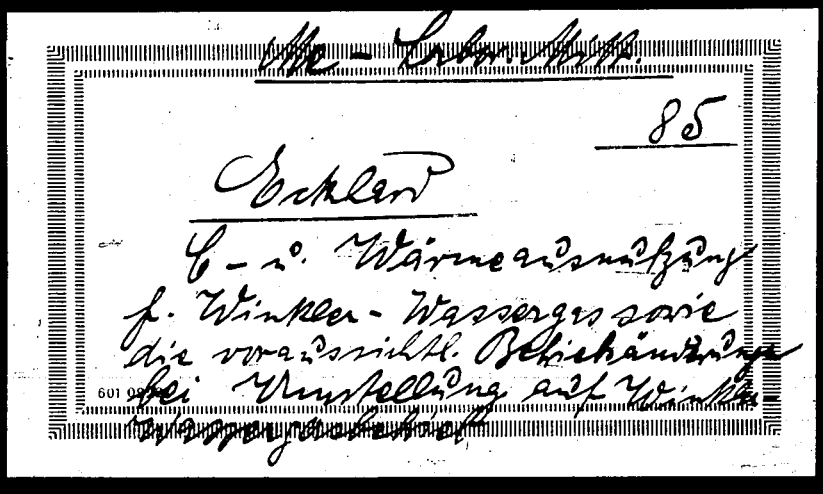
50000057

BAG 3041

TARGET 30402-5

LEUNA GASIFICATION (J.G. FARBEN)




Ille-Lab. Abt.

85

Erklärung

C-2°. Wärmeausdehnung
f. Winkler-Wasserglas sowie
die vorgesehenen Beschränkungen
bei Verwendung auf Zwischen-
[illegible]

50000059

3041—30/4.02—5

Entwurf

V. 85.

C- und Wärmeausnutzung
für Winklerwassergas
sowie
die voraussichtlichen Betriebsänderungen
bei Umstellung auf
Winklerwassergasbetrieb.

Braunk.-Vergas. Laboratorium | 29.4.29 | Nr. 29358

50000060

I n h a l t.

		Seite
I.	Analysen	2
	a). Grude	2
	b). Hydriergas	2
	c). Blasegas	2
	d). Reaktionsgas (Winkler-)	3
	e). Gemisch aus Hydriergas + Blasegas	3
	f). Vergasergas (Koks-)	7
II.	Grundschaltung	4
	a). Hydrier- und Blasegas	4
	b). Reaktionsgas	4
III.	Verschiedenes	
	a). Gasmengenverhältnis 1 : 7,5	5
	b). " 1 : 4	6
IV.	Umstellung von Vergasergas auf Kohlenwasserstoffgas	7
	Notwendige Betriebsdrosselungen	8
	Verkürzung der Abstellzeit	8
	a). Kohlenstoffentfernung	8
	b). Wasserstoffreinigung	8

Lounewerke, den 24. IV 29.

E A B S A T Z B O E

a) Gerste (ø aus 29 Analysen 1928)

C	N	Spez. G.	Öl %	Asche	H_2O	Hu	Ho
[illegible]	2.1	0.6	1.4	2.2	4.0	5700	5910

b) Hafer 15° 735

CO_2	O2	H_2	CH_4	N_2	kg C/cbm	Hu	Ho	Menge
12.1	10.5	21.0	3.4	52.0	0.127	999	1004	1.-
13.1	11.0	19.0	0.4	52.5	0.135	939	987	1.-
14.0	13.2	17.0	0.4	52.4	0.150	866	959	1.-
17.4	14.0	15.0	0.4	54.0	0.145	791	859	1.-
[illegible]	11.5	18.7	0.4	52.5	0.140	871	950	(4)

c) Gerste

CO_2	O2	H_2	CH_4	N_2	kg C/cbm	Hu	Ho	Menge
[illegible]	10.5	[illegible]	0.4	54.0	0.140	837	933	1.-
[illegible]	[illegible]	[illegible]	0.2	52.1	0.144	845	877	1,03
[illegible]	[illegible]	[illegible]	0.3	51.1	0.142	712	739	1,06
[illegible]	[illegible]	[illegible]	0.3	50.1	0.147	774	797	1,09
[illegible]	[illegible]	[illegible]	[illegible]	[illegible]	0.147	803	822	1,12
[illegible]	13.0	[illegible]	[illegible]	[illegible]	0.143	850	860	1,15
[illegible]	[illegible]	[illegible]	[illegible]	[illegible]	0.152	867	880	1,18
[illegible]	[illegible]	[illegible]	[illegible]	[illegible]	0.143	742	768	(7,63)

50000062

pro 1kg Brühe

Anmahme:

Anmahme:

50000063

III. C- u. W ä r m e b i l a n z

A) Brennverhältnis 1 : 7,5

7	ohne Rl - - Rauch -gas	= 7,5	· 0,320	= 2,400 kg Grude
1	Rl - Gas	= 1	· 0,376	= 0,376 " "
			aus.	= 2,776 kg Grude

	ohne Rl - - Rauch -gas	= 7,5	· 795	= 5960 Kcal
	Rl - Gas	= 1	· 2257	= 2257 Kcal
				= 8217 Kcal

a) Wirkungsgrad:

$$\eta = \frac{\text{Nutzwärme ohne W.G.}}{\text{Brennwert}} = \frac{3,225}{2,776 \cdot 0,674} = \frac{8,223}{1,871} = 11,9\%$$

b) Verlust 1 : 7,5 = 0,5 Ofen Gesamtgas =

$$= \frac{0,223 + 1,5 \cdot 0,143}{2,776 \cdot 0,674} = \frac{1,296}{1,871} = 69,2\%$$

c) Wirkungsgrad:

$$\eta = \frac{\text{Nutzwärme ohne W.G.}}{\text{Brennwert}} = \frac{2257}{5960} = \frac{2257}{16400} = 13,7\%$$

d) Verlust 1 : 7,5 = 0,5 Ofen Gesamtgas

$$\frac{2257 + 1,5 \cdot 795}{16400} = \frac{8219}{16400} = 50,1\%$$

50000064

(Übersetzung)

Die Steuerverhältnisse [illegible]

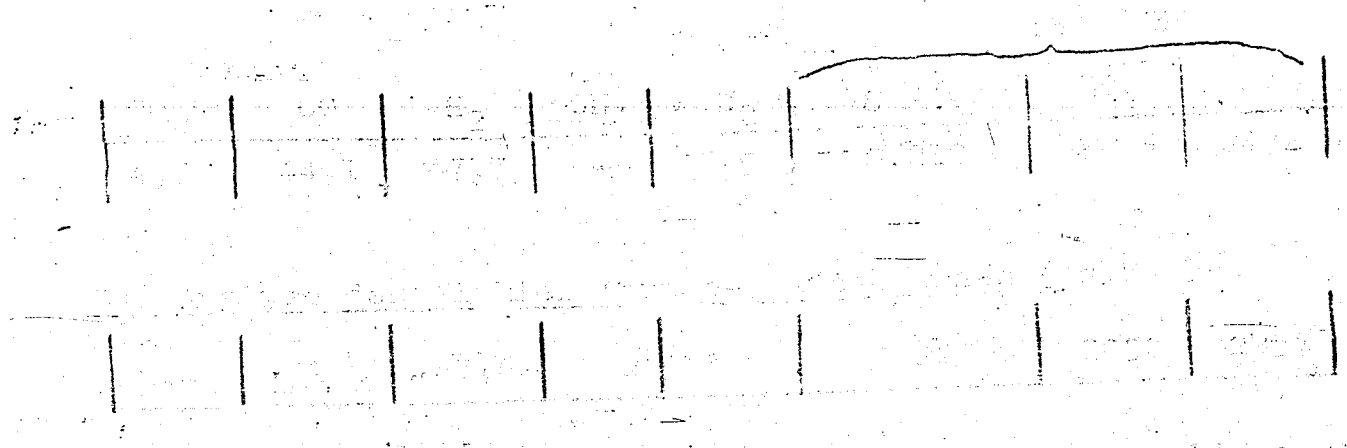
[illegible] = [illegible] = 0,320 = 1,20 kg Grade
[illegible] = 1 : [illegible] = 375
rund = 1,605 kg Grade

[illegible] = [illegible] = 1 = 7,5 = 8120 feet
[illegible] = 1 = 2037 = 2257 Yards
rund = 2457 Yards

[illegible] = 205

[illegible] = 71,2%

50000065



50000056

60000067

BAG 3041

TARGET 30/4.02-#6

GASIFICATION

(J.C. FRBEN)

500

Paetzold.

Jahresbericht 1935 der Winkler-Generatoren-Anlage.

60000039

Es besteht Veranlassung, auf die **Rundschreiben der Werksleitung** vom 21. 5. 31 u. 13. 7. 31 betr. Spionageabwehr hinzuweisen und insbesondere darauf aufmerksam zu machen, daß

Berichte

1. nur gegen **persönliche Empfangsbescheinigung** ausgeliehen werden,
2. vom Entleiher ohne Wissen der HBS **nicht weitergegeben** werden dürfen mit Ausnahme der Berichte, welche an Betriebe zum Verbleib abgegeben wurden,
3. **streng vertraulichen Charakter** haben und daher **stets unter Verschluß** aufzubewahren sind,
4. nur im **verschlossenen Umschlag** befördert werden dürfen und
5. **nur durch die HBS vervielfältigt** werden, soweit es sich nicht um betriebseigene Berichte handelt.
   Vervielfältigungen sind auf das unumgänglich notwendige Maß zu beschränken.

Haupt-Berichte-Sammlung
Referate-Büro Tel. 9461.

3287-3M-386

60000070

Labor.- Bericht / ~~Mitteilung~~ Me.

(Gr. II a)

Nr. ~~5~~ 500 vom April 1936

.60000071

3041 - 30/4.02 - 6

Jahresbericht 1935

der

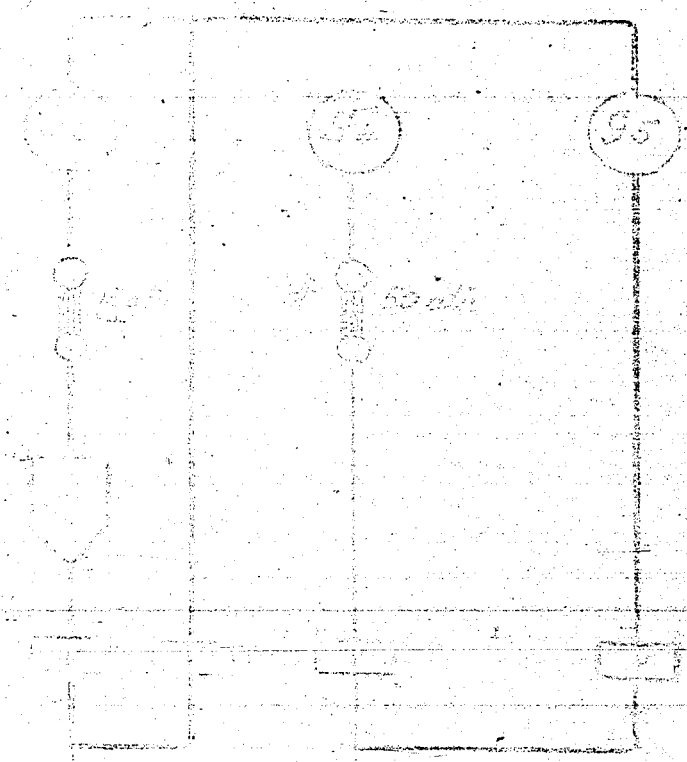
Winkler - Generatoren - Anlage.

Inhaltsverzeichnis.

	Seite
A. Apparate und Maschinen	
Betriebsschema Tafel 1	2
Generatoren (Solleistung d. Generatoren)	3
Betriebsstunden f. Kraftgaserzeugung Tafel 2	4
" " Wassergaserzeugung " 3	5
Rost und Rührer (Rostdarstellung)	6
Düsen	6 - 7
Abhitzekessel (Kesselleistungen Tafel 4 S.9)	7 - 9
Andere Nebenapparate (Vorlagen, Multiklone, Wasserentschweflung)	9 - 10
Maschinen	10
B. Betrieb	
Kraftgas	11
Wassergas	11 - 12
Wälzgasverfahren	12
Rohmaterialien (Kohle und Sauerstoff)	13
C. Betriebsversuche	14 - 16
D. Betriebsergebnisse und Statistik	16
Gaserzeugung, Rohmaterialienverbrauch, Energien, Reparaturkosten (Tafel: 5)	17
Analysenzahlen (Tafel: 6)	18
Stoffbilanzen (Tafeln: 7 - 10)	19 - 22
Wärmebilanzen (Tafel: 11)	23
Belegschaft, Unfälle, Krankheiten (Tafel: 12)	24

Tafel : 1

Strom- und Spannungs-Linien



A. Apparate und Maschinen.

Generatoren:

Generator 1 ist seit 21 11. 1934 nicht mehr in Betrieb gekommen. Das Mauerwerk ist schadhaft und so morsch, dass eine Reparatur nicht mehr lohnt. Auch der Generatormantel (einschließlich Staubsack) ist brüchig und altersschwach. Für Wassergasherstellung kann der Generator wegen der höheren Temperaturbeanspruchung nicht mehr verwendet werden, er steht in Reserve für Kraftgas und kann im Notfall dafür in Betrieb genommen werden.

Generator 2 ist noch als Schwelgenerator eingerichtet, der Einbau wird mit Kalk konserviert.

Generator 3 ist regelmäßig als Kraftgasgenerator in Betrieb. Wassergas kann in ihm nicht hergestellt werden, da er keine Sauerstoffdüsen besitzt. Bei Ausfall des Abhitzekessels kann er durch einen Umgang gefahren werden.

Generator 4 ist regelmäßig als Wassergasgenerator in Betrieb.

Generator 5 ist Reserve für Kraftgas und Wassergas.

Der Versuchsgenerator Me 278 wurde im Laufe des Jahres neu hergerichtet und mit Abhitzekessel, Multiklon und Vorlage versehen zur Ausführung von Vergasungsversuchen mit fremden Brennstoffen.

Soll - Leistung der Generatoren

Generator	1	3	4	5	Vers.Gen.
Kraftgas m^3/h	40 000	75 000		75 000	4 000
Wassergas m^3/h			60 000	60 000	3 000

Tafel: 2

Betriebstunden für Kraftgaserzeugung 1935.

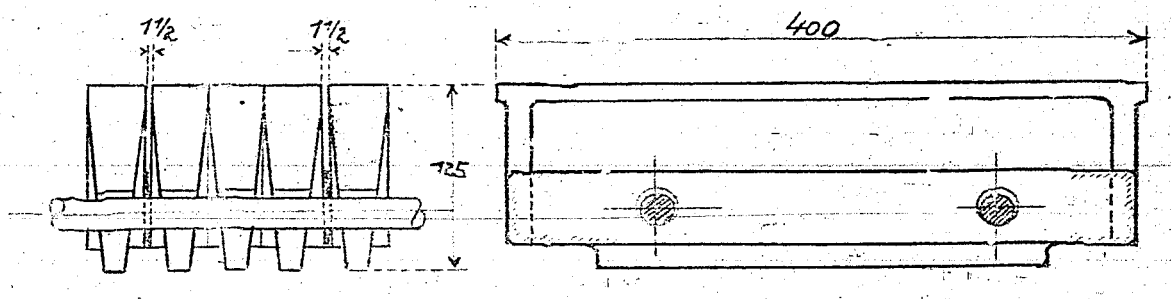
Betriebszeit vom	bis	Std.	Grund der Abstellung
Generator 3			
1.1.	16.1	364	Neuer Rost eingebaut
20.2.	13.8.	4167	Anschluß der Vorentschwefelung (17 Std. abgestellt)
13.8.	14.10.	1479	Eindrehschnecken ausgewechselt
15.10.	6.11.	537	Rost repariert
13.11.	28.11.	345	Wegen Reparatur im Kraftgasnetz 12 Std. abgestellt.
28.11.	31.12.	803	
		7695	
Generator 5 (Reserve)			
16. 1.	20. 2.	846	
14.10.	15.10.	15	
6.11.	13.11.	156	
		1017	

T a f e l : 3

Betriebsstunden für Wassergas-Erzeugung 1 9 3 5 .

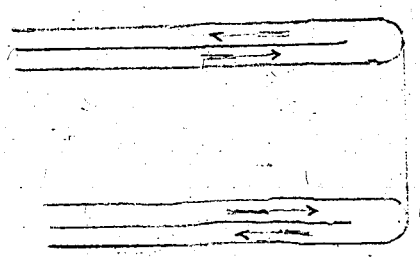
Betriebszeit vom	bis	Std.	Grund der Abstellung
Generator 4			
1. 1.	4. 1.	83	Vorüberhitzer entzwei
13. 1.	1. 3.	1119	Rost und Rührer entzwei
10. 3.	25. 3.	370	Anschluß für Wälzgasleitung
3. 4.	25. 4.	529	Rührer entzwei
28. 4.	10. 7.	1734	neuer Überhitzer
5. 8.	19. 8.	327	Anschluß der Vorentschweflung
20. 8.	24. 9.	825	Fackelschieber entzwei
27. 9.	8.10.	263	Tauchrohr am Kühler abgerissen.
9.10.	3.12.	1318	Ascheaustrag durchgebrannt
13.12.	19.12.	154	Blindscheibe in Sauerstoffleitung gezogen
19.12.	31.12.	288	
		7010	
Generator 5			
4. 1.	13. 1.	219	
1. 3.	10. 3.	217	neuer Rost eingebaut
25. 3.	3. 4.	214	Rührer entzwei
25. 4.	28. 4.	69	
10. 7.	5. 8.	630	
24. 9.	27. 9.	87	
3.12.	13.12.	236	
		1672	

Rost. Der alte gemauerte Rost hatte sich im Laufe der Zeit als unzulänglich erwiesen, insbesondere bei Schlackebildung, die auch bei aufmerksamer Bedienung des Generators gelegentlich durch äußere Einflüsse (Brennstoffqualität) verursacht wird. Die festen Schlackestücke, die sich zwischen Rührer und Rost klemmen, verursachten öfters eine Zertrümmerung des Mauerwerks und eine Verbiegung der Winkeleisen. Auch gegen herabfallende Deckenschlacke war der Rost nicht genügend widerstandsfähig. Die Generatoren 3,4 und 5 wurden deshalb im Laufe des Jahres mit neuen Rosten aus gegossenen Stäben versehen, die sich bis jetzt gut bewährt haben.

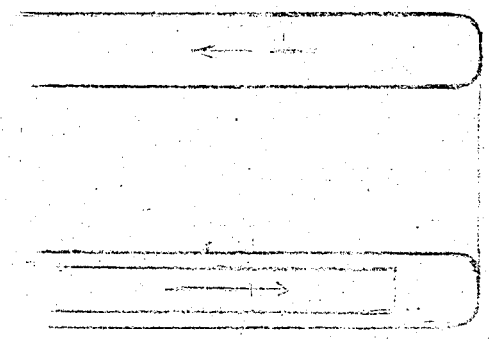


Am Generator 3 wurde gleichzeitig der dort noch eingebaute Doppelarmrührer durch einen einarmigen ersetzt und die Ascheaustragung von der Mitte nach dem Rande zu verlegt. Die Wasserkühlung an der Rührerdurchführung wurde weggelassen. Der Ascheaustrag wurde so ausgebildet, dass die obere Fläche, die an die Roststäbe anschließt und mit dem Rost in gleicher Höhe liegt, ebenfalls wassergekühlt ist. Die Wasserkühlung für die Austragsschneckenmäntel wurde am Generator 4 versuchsweise weggelassen.

Düsen. Die Sauerstoffdüsen an den Generatoren 4 und 5 arbeiteten im ganzen zufriedenstellend, sie sind durchweg als Dreifachrohre ausgebildet.



Nach längerer Betriebszeit (etwa 6 Monate) muss mit Verschleiß gerechnet werden; versuchsweise werden Anfang Januar 1936 im Generator 5 einige Doppelrohrdüsen eingebaut, bei denen das Wasser in drei kleinen Rohren zugeführt wird, solche Düsen haben sich im Abstichgenerator Me 240 bewährt.



Die Hauptursache der Beschädigung der Düsen liegt daran, dass sich aus dem Frischwasser Schlamm absetzt, der die Düsenköpfe mit der Zeit verstopft. Deshalb wurde bereits 1934 zur Düsen- und Rührerkühlung Kondensat im Kreislauf verwendet. Das Kondensat wurde in Röhrenkühlern mit Frischwasser zurückgekühlt. Die Röhrenkühler bedurften jedoch so vieler Reparaturen, dass im Mai 1935 wieder auf Frischwasser umgestellt wurde; gleichzeitig wurde der Bau eines Rieselkühlers in Angriff genommen, dessen Vollendung aber wegen anderer vordringlicher Arbeiten immer wieder hinausgeschoben werden mußte, er wird voraussichtlich Anfang 1936 in Betrieb kommen.

Abhitzekessel.

Die Niederdruckkessel Nr. 1 und 2 von Generator 1 im Me 2,8 sind im Berichtsjahr ebenso wie Generator 1 nicht in Betrieb gewesen, sie sind aber betriebsbereit.

Die 4 Niederdruckkessel am Generator 5 in Me 279 , die seit mehreren Jahren ausser Betrieb waren, wurden in den Jahren 33 und 34 ausgebaut und auf das Apparatelager geschafft.

Der 15 atü - Kessel Nr. 3 von Generator 3 war Ende Januar bis Anfang Februar in Reparatur, der Überhitzer war verschmutzt und einige Überhitzerrohre waren mechanisch durch Staub durchgeschliffen. Ferner mußten am 14 und 15. 10. je eine Dichtung am Überhitzer ausgewechselt werden. Außer diesen Reparaturen ist der Kessel störungsfrei in Betrieb gewesen nach Maßgabe der Betriebszeiten von Generator 3.

Am 50 atü Abhitzekessel von Generator 4 Me 279 verursachte der Nachüberhitzer mehrfach Störungen. Das Material der Rohrschlangen (Sicromal 8) war der Beanspruchung durch den S - Gehalt des Gases verbunden mit der hohen Temperatur nicht gewachsen, es mußten mehrfach Rohre abgestöpselt werden. Im Juli wurde deshalb der Nachüberhitzer mit neuen Rohren aus verzinktem Cr. - Mo - Stahl versehen, gleichzeitig wurde der Vorüberhitzer, der im Januar durch Undichtigkeit eine Störung verursacht und überdies nur eine geringe Wirksamkeit gezeigt hatte, ausgebaut und auf Lager gelegt. Das neue Überhitzermaterial hat sich bis jetzt gut bewährt.

Eine weitere Schwierigkeit zeigte sich, als im Oktober der 4 Sauerstoffapparat in Me 247 in Betrieb kam. Es wurde versuchsweise die ganze nun zur Verfügung stehende Sauerstoffmenge von ca 11 000 m^3/h im Generator 4 verarbeitet, was einer Gasmenge von 40 000 m^3 entspricht, dabei stieg die Dampftemperatur hinter dem Überhitzer ganz regelwidrig über die erlaubte Höchstgrenze von 475°, es mußte deshalb die Generatorausgangstemperatur entsprechend gesenkt werden, was einen hohen Sauerstoffverbrauch und ein schlechtes Gas zur Folge hatte. Zur Abstellung dieses Übelstandes

soll der Gas - Umgang um den Überhitzer vergrößert werden, jedoch soll diese Reparatur erst vorgenommen werden, wenn im Generator 4 regelmäßig mehr als 30 000 m^3 Gas erzeugt werden.

Ende des Jahres wurde für den Versuchsgenerator Me 278 ein Abhitzekessel mit Vorwärmer und Überhitzer eingebaut, der am 23. 12. in Betrieb gekommen ist.

T a f e l : 4

K e s s e l l e i s t u n g e n .

Nr.		1	2	3	4	Vers Gen.
Art		Rauchröhrenkessel		Steilrohrkessel		Rauchröhrenkessel
Betriebsdruck		3,0	3,0	17	55	17
Heizfläche m^2	Kessel	252	252	1060	825	71
	Überhitzer	-	-	310	85	5,6
	Vorwärmer	-	-	1785	2700	46,5
Solleistung t/h		7,5 [1]	7,5 [1]	40 [2]	40 [2]	2,5 [3]
tats. Leistung kg/m^3 Gas		0,45	0,45	0,45	0,5	0,4
Dampftemperatur		gesättigt	gesättigt	250°	460°	220°

Andere Nebenapparate

Die periodisch notwendig werdende Reinigung der Vorlagen insbesondere der Wassergasvorlage wurde auch im Berichtsjahr als sehr störend empfunden, es wurde deshalb geplant, vor die Wassergasvorlage Multiklone zur trockenen Staubabscheidung einzubauen.

1) bei 40 000 m^3 Gas
2) " 100 000 " "
3) " 6 000 " "

Die Wasrerentschweflung (CO_2 - Behandlung des Winklerabwassers) wurde im Berichtsjahr 10 mal für kurze Zeit-im ganzen 78 Stunden-abgestellt. Von diesen 10 Abstellungen wurden nur 2 verursacht durch Störungen im eigenen Betrieb, 3 waren planmäßige Abstellungen zur Vornahme von Änderungen im Leitungsnetz und 5 wurden verursacht durch Störungen oder Umstellungen in Nachbarbetrieben.

Maschinen.

Die Wind- und Sauerstoffgebläse sind abgesehen von kleineren Reparaturen ordnungsmäßig gelaufen, ebenso die Kessel-Speisewasserpumpen. Von den 9 vorhandenen Desintegratoren im Bau 282 wurden im August fünf an die Alkacid - Vorentschweflung abgegeben, so dass dem Winklergeneratorenbetrieb noch je 2 Desintegratorenfür Wassergas und für Sti-Fabrikations-Kraftgas blieben, es zeigte sich bald, dass zwei Desintegratoren für Fabrikations-Kraftgas nicht ausreichten, deshalb wurden im Dezember die Desintegratoren 8 u. 9 wieder für Fabrikations - Kraftgas angeschlossen. Die Schlammwasserpumpen in Me 279 bedurften zahlreicher Reparaturen infolge der erodierenden Wirkung des Schlammes.

Das Schmieren der Sauerstoffschieber mit Glyzerin hat sich nicht bewährt, die Schieberkeile rosteten ein und rissen vielfach ab, die Schieber wurden deshalb seit Anfang 1934 mit einem Gemisch von 50 % Öl und 50 % Glyzerein geschmiert, aber auch diese Mischung befriedigte nicht, deshalb werden seit Mitte 1934 - nachdem Versuche die Unbedenklichkeit der Ölschmierung dargetan hatten - alle Sauerstoffschieber mit Öl geschmiert.

Die Wasserentschweflung (CO_2 - Behandlung des Winklerabwassers) wurde im Berichtsjahr 10 mal für kurze Zeit-im ganzen 78 Stunden-abgestellt. Von diesen 10 Abstellungen wurden nur 2 verursacht durch Störungen im eigenen Betrieb, 3 waren planmäßige Abstellungen zur Vornahme von Änderungen im Leitungsnetz und 5 wurden verursacht durch Störungen oder Umstellungen in Nachbarbetrieben.

Maschinen.

Die Wind- und Sauerstoffgebläse sind abgesehen von kleineren Reparaturen ordnungsmäßig gelaufen, ebenso die Kessel-Speisewasserpumpen. Von den 9 vorhandenen Desintegratoren im Bau 282 wurden im August fünf an die Alkacid - Vorentschweflung abgegeben, so dass dem Winklergeneratorenbetrieb noch je 2 Desintegratorenfür Wassergas und für Sti-Fabrikations-Kraftgas blieben, es zeigte sich bald, dass zwei Desintegratoren für Fabrikations-Kraftgas nicht ausreichten, deshalb wurden im Dezember die Desintegratoren 8 u. 9 wieder für Fabrikations - Kraftgas angeschlossen. Die Schlammwasserpumpen in Me 279 bedurften zahlreicher Reparaturen infolge der erodierenden Wirkung des Schlammes.

Das Schmieren der Sauerstoffschieber mit Glyzerin hat sich nicht bewährt, die Schieberkeile rosteten ein und rissen vielfach ab, die Schieber wurden deshalb seit Anfang 1934 mit einem Gemisch von 50 % Öl und 50 % Glyzerein geschmiert, aber auch diese Mischung befriedigte nicht, deshalb werden seit Mitte 1934 - nachdem Versuche die Unbedenklichkeit der Ölschmierung dargetan hatten - alle Sauerstoffschieber mit Öl geschmiert.

B. B e t r i e b .

Kraftgas.

Die Kraftgasherstellung ist betrieblich einfacher als die Wassergasherstellung mit Sauerstoff, sie bereitet heute keinerlei Schwierigkeiten mehr und ist als durchaus betriebssicher zu bezeichnen. Die Generatortemperaturen werden so hoch wie möglich gehalten, bei voller Belastung des Generators stellen sich ohne Zusatz von Kohlensäure etwa folgende Temperaturen ein, Brennstoffbett 950°, Decke 1000°. Bei diesen Temperaturen tritt beim Betrieb mit Elise - Kohle im Brennstoffbett keine Verschlackung ein, dagegen sammeln sich mit der Zeit an der Generatorwand und der Decke größere Agglomerate von zusammengewehter ausgebrannter etwas gesinterter Flugasche an, die, sobald sie die nötige Größe erreicht haben, zusammenbrechen und ins Brennstoffbett herabfallen. Diese Agglomerate sind aber so weich, dass sie vom Rührer und den Austragschnecken zerteilt werden, sie werden dem Rost nicht gefährlich und ihre Bildung ist unbedenklich.

Wassergas.

Bei der Wassergasherstellung ist die Gefahr der Verschlakkung noch immer ein gewisses Unsicherheitsmoment. Nur bei hoher Betriebstemperatur, etwa 900° in der Kohle und 1030° an der Decke, wird eine befriedigende Gasanalyse erzielt, diese Temperaturen können aber selbst bei gleichmäßiger Belastung und gleichmäßigem Betrieb des Generators nicht immer inne gehalten werden, da geringe Verschiedenheiten in der Zusammensetzung des Brennstoffes, die sich meist analytisch nicht nachweisen lassen bereits merkliche Änderungen in der Verschlackungstemperatur

verursachen. Hinzu kommen die großen Schwankungen in der Generatorbelastung, die durch die wechselnde Sauerstoffanlieferung bedingt sind.

Die Gaszusammensetzung ist nicht allein eine Funktion der Generatortemperatur sondern auch der Belastung. Theoretisch wäre bei niedriger Belastung - gleiche Temperaturen vorausgesetzt - eine bessere Gasanalyse zu erwarten, da die Verweilzeit des Gases im Generator größer ist, das Umgekehrte ist jedoch der Fall, es hat sich mehrfach gezeigt, dass bei sinkender Gaserzeugung bei gleichbleibender Generatortemperatur der CO_2 - Gehalt wächst; bei steigender Gaserzeugung dagegen sinkt der CO_2 - Gehalt, wie der Versuch am 17.10.35 ergeben hat (siehe S.15); an diesem Tage wurden 42 000 m^3/h Wassergas erzeugt gegen normalerweise 30 000 m^3; der CO + H_2 - Gehalt dieses Gases betrug 80,4 %. Der Kohleverbrauch war normal mit 0,81 kg/m^3 CO + H_2, der O_2 - Verbrauch betrug nur 0,32 m^3/m^3 CO + H_2 gegen 0,36 m^3 normal (vergleiche Zahlentafel 9 S.21), es ist also zu erwarten, dass die ~~Winkler - Wassergasproduktion bei vollbelastetem Generator~~ erheblich wirtschaftlicher arbeiten wird.

Die Tatsache der besseren Gaszusammensetzung bei höherer Belastung kann vielleicht mit der Unvollkommenheit der Temperaturmessung erklärt werden, die stets nur die Randtemperatur anzeigt.

Wälzgasverfahren.

Die Wassergasherstellung nach dem Wälzgasverfahren konnte im Berichtsjahr noch nicht durchgeführt werden, da die Einrichtung der Generatoren 4 und 5 für diese Versuche wegen anderer vordringlicher Arbeiten immer wieder hinausgeschoben werden mußte.

Rohmaterial.

Die Elise - Kohle, die jahrelang ohne große Schwankungen die gleiche Zusammensetzung hatte, ist im Berichtsjahr wesentlich schlechter geworden, der Aschegehalt ist im August sprunghaft von 16 auf durchschnittlich 19 % Asche(bezogen auf wasserfreie Kohle) gestiegen und hat sich seitdem auf etwa dieser Höhe gehalten, dabei schwanken die Zahlen sehr stark um den Mittelwert von etwa 15 - 25 %, was besonders störend ist. Die Erhöhung des Aschegehaltes ist auf Sandeinlagerungen im Flöz zurückzuführen, die trotz optimistischer Versicherungen der Grubenbeamten noch immer vorhanden sind.

Der höhere Aschegehalt bedeutet nicht nur an sich einen erhöhten spezifischen Kohleverbrauch sondern auch einen absoluten Brennstoffverlust, da die Asche nicht stärker ausgebrannt werden kann als früher. Ferner bedingt der hohe Sandgehalt Schwierigkeiten durch Versetzung der Fackelleitungen- und Schieber und bei der Gasentstaubung. Die Kieselsäure verflüchtigt sich beim Vergasungsprozess teilweise in Form von Siliziumsulfid (vergl. Chem.Fabrik 1935 S.512) das bei seiner Zersetzung feine Stäube ergibt, die durch die Desintegratoren hindurchgehen.

Der Sauerstoff hat sich im Berichtsjahr gebessert, er hat seit Sept. im Durchschnitt 98 % O_2 gegen 96 - 97% vorher.

C. Betriebsversuche.

Vom 12. - 17. 2. 35 wurde im Generator 4 ein Versuch mit Grude der Grube Alwine von Bruckdorf - Nietleben gemacht. Die Grude ist für den Betrieb im Winkler - Generator nicht geeignet, da sie stark zur Verschlackung neigt, trotz sehr niedriger Generator - Temperaturen bildete sich harte Schlacke, die Rost und Rührer beschädigte, so dass eine Reparatur notwendig wurde. Das Ergebnis war vorauszusehen, denn Alwine - Grude enthält 22% Asche, davon sind wasserlöslich 20 %, bei Elise - Grude sind die entsprechenden Zahlen 20 und 10.

Im März wurde im Generator 4 ein Rührer eingebaut, der ein Thermoelement trug zur Messung der Innentemperatur des Generators, es blieb nur wenige Tage ganz, in dieser Zeit zeigte es im Durchschnitt etwa 2 Millivolt = 50° höher an als die Seitenelemente.

Am 14. und 15. 5. wurde im Versuchsgenerator 278 ein Versuch mit Lurgigrude gefahren, der die Eignung dieses Brennstoffes für die Vergasung nach Winkler in Böhlen ergab.

Am 27. 5. wurde die Generatorasche von Generator 4 versuchsweise mit einem Strahlapparat in den Kanal gedrückt und mit dem Wasser nach dem Neustädter Becken geführt. Es zeigte sich, dass die schwere Asche nach kurzer Zeit den Kanal verstopfte, so dass von dieser Art der Aschebeseitigung Abstand genommen werden mußte.

Im Juli und August wurden Versuche zur Filtration von Winkler - Staub mit dem Imperialfilter ausgeführt, über die gesondert berichtet wurde (Notiz Dr.Paetzold v.9.8.35.), die Versuche verliefen negativ.

Am 16. 10. kam der erste neue Sauerstoffapparat in Me 247 in Betrieb; es sollte ein mehrtägiger Versuch mit der vollen O_2-Menge im Generator 4 gefahren werden (vergl. S. 8 und S. 12). Der Versuch konnte wegen der erwähnten Steigerung der Abhitzedampf-Temperatur (Vergl.S. 8) nicht in der gewünschten Weise durchgeführt werden, immerhin zeigte sich bereits am ersten Tage des Versuchs eine erhebliche Verbesserung des Gases (s.S.12 und die Stoffbilanz Tafel 9 S. 21).

Vom 30. 10. - 10. 11. wurde versuchsweise Kraftgas und Wassergas aus v.d.Heydt - Kohle hergestellt. Die v.d.Heydt - Kohle zeigte sich für beide Gasarten nicht so gut geeignet wie Elise I Kohle. Das Kraftgas erhielt vergleichsweise mehr Kohlensäure und mehr Wasserstoff je 1000 WE, dafür etwas weniger CO, der Methangehalt lag dem höheren Teergehalt entsprechend zwar etwa doppelt so hoch, was aber bei der absolut geringen Methanmenge keine Rolle spielt.

CO_2	H_2	CO	CH_4	N_2
10,8	14,3	19,0	1,3	54,6

(Vergl.die Kraftgasanalyse Tafel 6 S.18)

Das Wassergas aus v.d.Heydt war zwar im Ganzen dem aus Elise bei gleichen Temperaturen erzeugten etwa gleichwertig, aber auch hier zeigte sich erhöhter Methangehalt, der im Wassergas unerwünscht ist, ferner trat schon am ersten Tage des Betriebes mit v.d.Heydt Schlackebildung auf, obwohl die Generatortemperatur bei Beginn des Versuches erheblich gesenkt worden war. Die Schlackebildung hielt während der ganzen Dauer des Versuches an wodurch Rost und Ascheaustrag beschädigt wurden.

Infolge der Störung in der Hydrierung am 4. 11. wurde ein Versuch gemacht zur Herstellung von Kraftgas unter Zusatz von

Sauerstoff und Kohlensäure zum Vergasungswind, mit dem Ziel ein Kraftgas zu erhalten, das für die Gasmaschinen brauchbar wäre. Der Versuch ist nicht gelungen, er wurde aber unter ungünstigen Umständen ausgeführt (kurze Versuchsdauer, v.d.Heydt-Kohle) und soll gelegentlich wiederholt werden.

Am 20. 12. wurde der umgebaute Versuchsgenerator Me 278 in Betrieb genommen.

D. Betriebsergebnisse und Statistik.

Über die erzeugten Gasmengen, die verbrauchten Rohmaterialien, die Reparatur- und Hauptenergiekosten gibt die Zahlentafel 5 S. 17 Aufschluss.

Die Tafel 6 S. 18 gibt die Monatsdurchschnitts - Gasanalysen, S - Gehalte und C - Gehalte in Staub und in der Asche. Es folgen Stoffbilanzen für Kraftgas und Wassergas, eine überschlägliche S - Bilanz und Wärmebilanzen für den Kraftgas- und Wassergas - Generator.

Die Zahlentafel 12 S. 24 enthält Angaben über die Belegschaft.

Vorschläge zur Vereinfachung der Verwaltungs- und Schreibarbeit können nicht gemacht werden.

Leunawerke, den 21. 1. 1936.

Jaeger

D.f.Direktion,
Herrn Dr.v.Staden,
" O.I.Sabel,
" Dr. Bähr,
" O.I.Göppinger,
" Dr.Pattenhausen,
" Dr.Paetzold,
Büro
Reserve 3 Exemplare

T a f e l 5

Monat	K r a f t g a s					W a s s e r g a s					
	Gaser-zeugung Mill.m³ 1000 WE	kg TBK / m³ Gas	Reparatur-Kosten 1000 RM	Energie-verbr. Mill.Kwh eff		Gaser-zeugung Mill m³	CO + H_2 %	kg TBK / m³ CO+H_2	m³ O_2 / m³ CO+H_2	Reparatur-Kosten 1000 RM	Energie-verbr. Mill.Kwh eff.
Jan.	39,4	0,33	17,5	1,3		17,2	72,8	0,87	0,38	23,1	0,6
Febr.	42,3	0,33	29,3	1,2		19,3	71,7	0,94	0,38	22,3	0,7
März	47,4	0,33	13,3	1,5		20,7	69,5	0,82	0,38	39,1	0,7
April	41,6	0,33	12,8	1,5		19,0	73,3	0,84	0,37	38,0	0,8
Mai	37,8	0,33	9,9	1,4		21,3	75,4	0,73	0,36	36,8	0,9
Juni	28,2	0,33	16,8	1,5		18,0	75,3	0,79	0,37	19,2	0,7
Juli	24,2	0,33	15,4	1,0		18,2	74,8	0,83	0,38	24,1	0,9
Aug.	24,9	0,33	15,8	1,1		18,6	75,1	0,78	0,38	29,9	0,7
Sept.	34,6	0,32	16,1	1,2		20,3	76,1	0,68	0,34	19,6	0,6
Okt.	34,3	0,33	16,5	1,4		23,9	74,7	0,83	0,35	17,4	0,8
Nov.	27,8	0,33	19,0	1,4		21,3	73,4	0,96	0,36	11,0	0,7
Dez.	47,2	0,33	?	1,8		17,7	73,3	0,87	0,38	?	0,7
Sa.	429,7					235,5					
∅	35,8	0,33	16,6	1,4		19,6	73,8	0,83	0,37	25,2	0,7

6000088 - 17 -

Monat	Kraftgas Gasanalyse CO_2 + H_2S	H_2	CO	CH_4	N_2	S g/m³	Hu	% C in Asche	% C im Flugstaub	Wassergas Gasanalyse CO_2 + H_2S	H_2	CO	CH_4	N_2	S g/m³	% C in Asche	% C im Flugstaub
Jan.	8,9	12,8	21,8	0,7	55,8	10,9	988	36,7	51,3	24,0	37,9	34,9	1,5	1,7	20,2	52,7	30,9
Febr.	9,4	12,9	21,9	0,8	55,0	10,6	1009	43,5	56,7	25,7	40,3	31,4	1,6	1,0	20,5	46,3	24,9
März	8,5	12,5	22,7	0,6	55,7	10,2	998	28,8	55,3	27,1	39,6	29,9	2,4	1,0	21,4	44,4	32,7
April	8,4	12,1	22,7	0,5	56,3	10,3	989	27,3	53,0	24,3	39,7	33,6	1,5	0,9	21,4	43,5	22,7
Mai	11,0	12,3	20,1	0,7	55,9	10,4	940	-	-	22,0	38,0	37,4	1,4	1,2	20,8	39,7	21,7
Juni	10,6	11,5	20,8	0,5	56,6	10,7	935	-	-	22,1	36,9	38,4	1,3	1,3	21,6	44,7	24,7
Juli	10,3	11,0	22,0	0,6	56,1	10,3	950	-	-	22,6	39,0	35,8	1,5	1,1	21,0	48,6	35,5
Aug.	13,3	9,8	21,0	0,8	55,1	9,5	935	-	-	22,4	38,8	36,3	1,5	1,0	19,1	28,8	23,6
Sept.	12,1	11,1	21,5	0,7	54,1	8,9	974	-	-	20,8	38,6	37,5	2,1	1,0	19,0	29,9	38,7
Okt.	11,0	10,8	21,5	0,7	56,0	8,9	956	-	-	21,7	37,1	37,6	2,6	1,0	19,8	39,0	35,9
Nov.	11,8	11,5	21,9	0,8	54,0	9,1	985	-	-	23,6	37,6	35,8	2,2	0,8	21,5	49,6	30,5
Dez.	10,0	11,4	22,3	0,9	55,4	9,9	994	-	-	23,8	38,3	35,0	2,0	0,9	19,6	31,9	23,5
ø	10,6	11,7	21,7	0,7	55,3	10	984	34,1	54,2	23,3	38,5	35,3	1,8	1,1	20	41,6	28,8

68000089

T a f e l : 7

Stoff - Bilanz für 1 m^3 Kraftgas.

(Jahresdurchschnitt 1935.)

Gasanalyse:	CO_2	H_2S	H_2	CO	CH_4	N_2	Hu
	9,8	0,8	11,7	21,7	0,7	55,3	984

1 m^3 Gas enthält 158 g C, 268 g O_2, 12 g H, 638 g N

	g H_2O	g C	g S	g H	g O	g N	g Asche
[illegible]							
[illegible] F.E.K.	26	176	10	13	50	2	53
[illegible] m^3 Luft					193	636	
[illegible] m^3 CO_2		12			33		
[illegible]bildung	+ 9		—	- 1	- 8		
[illegible]	35	188	10	12	268	638	53
[illegible]							
[illegible] Gas	35	158	10	12	268	638	
[illegible]gutsch 65 g 33 % C		22					43
[illegible] 18 g 44 % C		8					10
[illegible]	35	188	10	12	268	638	53

T a f e l : 8

Stoff - Bilanz für 1 m^3 Wassergas.

(Jahresdurchschnitt 1935)

Gasanalyse:

CO_2	H_2S	H_2	CO	CH_4	N_2
21,8	1,5	38,5	35,3	1,8	1,1

1 m^3 Gas enthält 288 g C, 20 g S, 36 g H, 517 g O, 12 g N

	g H_2O	g C	g S	g H	g O	g N	g Asche
Eingebracht:							
0,61 kg T.B.K.	49	333	20	25	85	4	94
0,27 m^3 O_2 97%					344	8	
0,3 kg Dampf							
davon zersetzt 99 g				11	88		
unzersetzt 201 g	201						
Zusammen:	250	333	20	36	517	12	94
Ausgebracht:							
Gas	250	288	20	36	517	12	
Flugstaub 109 g 31% C		34					75
Asche 30 g 35% C		11					19
Zusammen:	250	333	20	36	517	12	94

Tafel: 9

Bilanz für 1 m^3 Wassergas am 17.10.1935 Generator 4 (42 000 m^3/h Gas)

Gasanalyse:

CO_2	H_2S	H_2	CO	CH_4	N_2	Hu	(Tagesdurchschnitt v. 17.10.)
15,7	1,5	36,0	44,4	1,6	0,8	2305	

T. B. K.

H_2O	C	S	H	O	N	Asche	Hu
7,5	53,0	3,0	4,1	12,8	0,7	18,9	5150

1 m^3 Gas enthält 304 g C, 20 g S, 34 g H, 496 g O, 10 g N.

	g H_2O	g C	H	O	S	N	Asche
Eingebracht:							
0,69 kg T.B.K.	52	366	28	89	20	4	131
25 l CO_2		12		33			
0,254 m^3 O_2/m^3 Gas 98%ig				326		6	
0,2 kg Dampf							
davon zersetzt 54 g			6	48			
unzersetzt 146 g	146						
Zusammen:	198	378	34	496	20	10	131
Ausgebracht:							
1 m^3 Gas Taupkt.60°	198	304	34	496	20	10	
Flugstaub 170 g 35% C		60					110
Asche 35 g 40% C		14					21
Zusammen:	198	378	34	496	20	10	131

Für 1 m^3 Gas werden gebraucht 0,65 kg TBK(56,6% C u. 0,254 m^3 O_2 98%ig
" 1 " $CO+H_2$ " " 0,81 " " 0,315 " " "

Tafel: 10

Stündliche S - Bilanz (27 000 m^3 Wassergas + 50 000 m^3 Kraftgas)

27000 m^3 Wassergas entsprechen = 16,7 t TBK
50000 " Kraftgas " = 16,5 t "
zusammen = 33,2 t " = 1660 kg Ges.S = 100 %
davon im Wassergas 540 " " " = 33 %
" " Kraftgas 500 " " " = 30 %
in der Asche 200 " " " = 12 %
im Flugstaub 420 " " " = 25 %
= 100 %

Der Flugstaub gibt 43 % seines Schwefels an das Vorlagen - Kühler - und Brausenwasser ab = 180 kg. Die Gesamt - Wassermenge beträgt 2000 m^3 darin befinden sich im Kreislauf etwa 30 g/m^3, d.h. in dem Wasser das die Winkleranlage verläßt befinden sich 180 + 60 = 240 kg S. In der Wasserentschweflung werden davon 67% = 180 kg entfernt, 20 kg gehen vom Klärbeeken nach der Halde, 60 kg bleiben im Kreislauf.

T a f e l : 11

Wärmebilanz des Winklergenerators.

Kraftgas:

		WE		%
Eingebracht: T.B.K. 0,32 kg	=	1660	=	100
Ausgebracht:				
1 m^3 Gas	=	1000	=	60
fühlbare Wärme des Gases	=	330	=	20
C in Flugstaub u. Asche	=	260	=	16
Strahlung	=	70	=	4
		1660	=	100

Wassergas:

		WE		%
Eingebracht: TBK 0,60 kg	=	3100	=	100
Ausgebracht:				
1 m^3 Gas	=	2050	=	66
fühlb. Wärme des Gases + Wasserdampf	=	420	=	14
C in Flugstaub u. Asche	=	470	=	15
Strahlung	=	160	=	5
		3100	=	100

T a f e l : 12

Belegschaft Winkler-Kraftgasfabrik u.Winkler-O-Wassergasfabrikation

Vierteljahr	Meister	Arbeiter	Zahl der Krankmeldungen	Zahl der Unfälle [2]
I.	11	90	12	7
II.	11	89	7	3
III.	10	91	3	6
IV.	9	93 [1]	3	6

[1] Die Arbeiterzahl im letzten Vierteljahr erhöhte sich dadurch, dass zur Entlastung des überzogenen Kontos 232 (Vergasungs - Versuche) Arbeiter von diesem Konto auf Betrieb umgebucht wurden.

[2] Alle 22 Unfälle sind leichter Natur, nur in 3 Fällen wurde die Arbeit eingestellt. 12 Unfälle wurden verursacht durch Fehltreten und Ausrutschen. 3 Unfälle ereigneten sich auf dem Wege zur Arbeitsstätte durch Stürze mit dem Fahrrad. 4 Fälle sind Verbrennungen durch Staub, Asche oder Dampf. 3 Fälle sind Augenentzündungen durch Fremdkörper oder Gase.

60000096

B763041

TARGET 3044.02—7

LEUNA

(J.G. FARBEN)

3041 – 30/4.02 – Y

7000097

21. 1. 1936.

Berlin, Dr. von Siemens

Vergasung aus Braunkohle und Sv. Rückgasen

Verfahren	Erfinder	Art der Vergasung	Gas-menge	CO_2	CO	H_2	CH_4	N_2	Bemerkung
			cbm/qm						
a) Versuche:									
Pintsch-Hillebrand	Drilhorst	Wärmegas mit gasgeheiztem Generator	450 cbm	11,3	33,4	52,3	1,4	2,6	+) Hamburg
Di[illegible]	"	außen gasbeheizte Kammer	"	16,-	28,4	56,6	1,0	3,8	+) Petfürdö, Ruhland
Krupp-[illegible]	"	Wärmegas mit gasbeheiztem Generator	"	13,0	56,6	28,3	1,0	–	+) Erstausführung Ruhland
[illegible]	"	Sauerstoffvergasung	"	–					aus Angeboten bekannt
[illegible]									
[illegible]	4,5	3,5-fache RSE	Sauerstoffvergasung	2[illegible] cbm	35,0	40,0	1,5	1,5	–
[illegible]	2,4	Vollbetrieb mit RSE	mit RSE Erdung bei Betrieb (230-300 Wasserverbrauch Fassungsraum)	Gas-	20,-	5,8	51,2	3,3	0,3 2 Versuchsöfen 0,4 ∅ und 1,2 ∅ 1½ Jahre gelaufen
[illegible]	[illegible]	Sauerstoff-Vergasung			15,-	71,8	11,2	1,0	1,0 nicht durchführbar
[illegible]					20,4	54,-	44,4	1,2	– +) voraussichtl. gut durchführbar
c) Versuchsanlagen:									
RSE [illegible]		Gasgegenblaseverfahren		11,5	11,6	74,3	1,9	0,6	fertig ausgearbeitet
Syn[illegible]		Sauerstoffvergasung		1,-	62,6	34,0	0,3	4,0	nicht genügend ausgereift
[illegible]		Verfahren [illegible]		4,-	46,8	53,2	0,5	4,9	gibt Ruß u. CH_4
[illegible]		[illegible]		12,2	37,5	35,4	7,9	2,0	Versuch wird wiederholt z.Z. im Versuch m. 400 m³ Stundenleistung
[illegible]		[illegible]		15,-	11,-	69,-	2,0	2,0	

[illegible] Verfahren hat ein Wasserstoff-CO [illegible] gleich.

70000098

Sab.

Leuna Werke, den 22.Januar 1936.

Versuchsprogramm 1936

Vergasungsversuche.

A Brikettvergasung.

1.) Briketts im Abstich mit Sauerstoff.

Der in der Literatur viel angeführte Abstichgenerator mit Briketts allein ist nicht durchführbar, wie die Versuche 1935 ergeben haben, weil die Briketts weitgehend zerfallen und das Brennstoffbett zugesetzt wird. Belastet man stärker, so sind die Verluste sehr groß. Außerdem ist der Abstich sehr zähflüssig.

Die Versuche mit Briketts allein werden eingestellt. Es soll aber noch einmal versucht werden, wie hoch die Mischung Briketts + Koks betrieblich durchführbar ist. Aus alten Versuchen sollen 40 - 50 % Brikett-Zumischung zulässig sein.

2.) Briketts im Drehrostgenerator mit Sauerstoff.

Die Versuche sind befriedigend verlaufen, daß sie nur einmal in einem mehrwöchentlichen Betrieb aufgenommen werden sollen, um noch Verbesserungen durchzuführen.

3.) Brikettversuche nach Pattenhausen.

Mit Dampf auf 850 - 900° überhitzt. Dampferhitzung mit Rohbraunkohle-Feuerung. Es soll ein Betriebsofen mit Stundenleistung von 4000 m^3 in Me 240 aufgestellt werden. Kosten etwa 350 000,-- RM .

4.) Pattenhausen-Verfahren mit geringem Sauerstoffzusatz.

Das Verfahren soll im Versuchsofen bei der Schwefelreinigung durchprobiert werden.

B Hy-Gas-Zersetzung.

1.) Die Hy-Gas-Zersetzung im Koksabstichgenerator und im Winkler-Generator soll noch einmal durchversucht werden, da Analysen und Verbräuche aus alten Versuchen noch nicht ganz einwandfrei sind.

2.) Hy-Gas-Zersetzung mit Sauerstoff über heißer Grude.

Auch die Versuche, Hy-Gas mit Sauerstoff vollkommen zu verbrennen und dann über heiße Grude zu führen, sollen noch einmal wiederholt werden.

70000099

um sichere Unterlagen zu bekommen.

3) Cowper-Verfahren.

Die Hy-Gas-Zersetzung im Cowper-Verfahren, die sich z.Zt. im Versuch befindet, soll weiter geführt werden, um zu probieren, ob man auf diesem Wege mit geringem Zusatz rußfreies Wasserstoffgas herstellen kann.

8[illegible]0000100

BAG 3041
TARGET #30/4.02 — #8
LEUNA — FARBEN

3041 – 30/4.02 – 8

D.I.Bws./Dr.Pd./Sfl. Leuna, 10. 5. 1939

00000101

8

Herrn Direktor Dr. Sauer, Me 24

1 ab

A k t e n n o t i z .

Betr. Überprüfung der Schutzmaßnahmen der Braunkohlen-Anlagen.

I. Besichtigungsrundgang.

Anläßlich der bei den Deutschen Erdölwerken in Regis-Breitingen am 11. 4. 39 erfolgten Explosion fand in den Betrieben der Braunkohlen - Vergasung am 13. 4. 39 ein Rundgang und eine Überprüfung unserer Schutzmaßnahmen durch Herrn Direktor Dr. Sauer, Herrn Direktor Dr. Strombeck, Herrn Obering. Sabel und den Herren vom Betrieb statt.

Dieser Rundgang ergab, dass seitens des Betriebes alle erdenklichen Vorkehrungen getroffen sind um eine ähnliche Katastrophe wie in Regis - Breitingen nach menschlichem Ermessen auszuschließen.

II. Schutzmaßnahmen der Trockenanlagen.

Als Hauptschutz, sowohl der Feuergas- als auch der Dampftrocken-Anlage, ist die Sicherung sämtlicher T.B.K. Transportmittel und Bunker durch Schutz-Kohlensäure anzusprechen.

Alle unter Schutzgas stehenden Einrichtungen werden stündlich durch Orsat - Analysen von Analysenziehern überwacht und die Analysenergebnisse in Bücher eingetragen. Sobald mehr als 4 % O_2 vorhanden ist muß dem Meister Meldung erstattet werden. Die Analysenzieher ihrerseits werden durch Stichproben der Meister während jeder Schicht überwacht.

Eingehende Betriebsvorschriften über das besonders empfindliche Anfahren und Abstellen der Trockentrommeln sind schriftlich jedem Meister ausgehändigt. Diese Betriebsvorschriften enthalten auch schwierige Fälle z.B. Ausbleiben der CO_2, plötzliche Störungen im Antrieb oder Bruch im T.B.K. Förderweg. Diese Vorschriften werden nach den neuesten Er-

kenntnissen auf dem laufenden gehalten und durch Belehrung ergänzt.

Als weiterer wichtiger Faktor gegen Kohlenstaub - Explosionen ist die Sauberkeit des Betriebes zu erwähnen. Durch die seit ca. 12 Jahren durchgeführte Anhaltung der Meister und Leute zu peinlichster Sauberkeit der Betriebe und durch Verwendung von Staubsauganlagen in der besonders explosionsgefährlichen Sieb- und Mahlanlage Me 282c treten größere Staubablagerungen, die bei einer Explosion zu schweren sekundären Schäden führen, nicht auf.

Alle diese geschilderten Maßnahmen, neben den regelmäßigen Rundgängen des Sicherheitsmeisters, lassen es für ausgeschlossen erscheinen, dass eine Kohlenstaubexplosion einen ähnlichen Umfang annehmen kann, wie es in Regis - Breitingen der Fall war.

III. Schutzmaßnahmen der Winkler-Generatorenanlage.

1.) Gegen einen Durchbruch von Sauerstoff oder Luft in den Gasraum ist der Generator dadurch gesichert, dass stets für eine genügende Brennstoffmenge gesorgt wird. Die Brennstoffmenge wird gemessen durch die Differenz zwischen dem Druck im Gasraum und dem Druck unter der Brennstoffsäule . Dieser Differenzdruck wird bei jedem Generator auf 2 von einander unabhängigen ~~Waagen~~ Einrichtungen registriert, beide ~~Waagen~~ Einrichtungen sind mit akustischem und optischem Alarm versehen, der bei Tiefstand im Steuerraum des Generators und ausserdem im Kommandoraum, der ständig besetzt ist, alarmiert.

Das Wegbleiben des Brennstoffes macht sich ferner am Ansteigen der Temperatur bemerkbar. Die Generatortemperatur wird auf einem Temperaturschreiber registriert, den der Generatorfahrer dauernd vor Augen hat, die Generatorausgangstemperatur ist überdies bei jedem Generator mit Hochstandsalarm versehen.

Bei einem Sauerstoffdurchbruch im Generator würde also der Generatorfahrer 1.) durch das Ansteigen der Temperatur (Alarm) 2.) durch das Absinken des Widerstandes (doppelter Alarm) auf die Störung aufmerksam gemacht werden. Das Absinken des Widerstandes würde außerdem dem Telefonisten im Kommandoraum durch Alarmsignal gemeldet werden.

2.) Alle Teile der Apparatur, in denen sich trockener Staub ansammeln kann (Staubsack, Gasleitung, Kessel, Filter) werden nach dem Öffnen gesondert kontrolliert; wenn Ansammlungen von Staub festgestellt werden, so wird dieser nach Möglichkeit mit Wasser ertränkt (Kessel, Rohrleitungen), wo das nicht tunlich ist, (Staubsack, Filter) wird der Staub vorsichtig nach aussen abgezogen. Es ist hierbei zu bemerken, dass der Winklerflugstaub, der zu 50 - 60 % aus Asche besteht, in seiner Neigung zu brennen oder zu verpuffen weniger gefährlich als T.B.K.- oder Grudestaub ist.

3.) Der in den Füllbunkern der Generatoren vorhanden Brennstoffvorrat steht dauernd unter Kohlensäure - Überdruck, so dass keine Luft hinzutreten kann. Der Füllbunkerdruck wird von dem Füllbunkerwärter überwacht, er wird ferner auf ein Meßinstrument im Steuerraum des betreffenden Generators übertragen, das der Generatorfahrer kontrolliert und stündlich abschreibt. Ein Nachlassen des Füllbunkerdruckes würde sich überdies sofort an den Generatortemperaturen bemerkbar machen, da dann nicht mehr genügend Brennstoff in den Generator gefördert würde. Wenn ein Generator abgestellt wird, so werden die Abfallrohre vom Füllbunker geblindet, damit wird die Verbindung zwischen Generator und Trockenanlage aufgehoben.

Für das Anfahren und Abstellen der Generatoren bestehen gedruckte Bedienungsvorschriften, die mit den allgemeinen Betriebsvorschriften jedem Meister ausgehändigt sind. Für Sonderfälle werden jeweils Sondervorschriften in ein hierfür angelegtes Betriebsanweisungsbuch aufgenommen und den Meistern ausgehändigt.

Haupt Führung

D.f. Herren: Direktor Dr. Sauer,
Direktor Dr. Strombeck,
Obering. Sabel,
Dr. Augsten,
Dr. Schmitz,
Dr. Pattenhausen,
Obering. Göppinger,
Dr. Pfeiffer,
Dipl.Ing. Ihlenburg,
" " Robens,
" " Binneweis,
Dr. Paetzold,
Büro Akte Me 431 Serfling.

90000104A

BAG #3041

TARGET #30/4.02 — 9

GASIFICATION

LEUNA

(I.G. FARBEN

324

Boedeker

Versuche zur Frage der Zündungsgefahr in Zerstäubungstrockenanlagen.

00000106

Es besteht Veranlassung, auf die **Rundschreiben der Werksleitung** vom 21.5.31 u. 13.7.31 betr. Spionageabwehr hinzuweisen und insbesondere darauf aufmerksam zu machen, daß

Berichte

1. nur gegen **persönliche Empfangsbescheinigung** ausgeliehen werden,
2. vom Entleiher ohne Wissen der HBS **nicht weitergegeben** werden dürfen mit Ausnahme der Berichte, welche an Betriebe zum Verbleib abgegeben wurden,
3. **streng vertraulichen Charakter** haben und daher **stets unter Verschluß** aufzubewahren sind,
4. nur im **verschlossenen Umschlag** befördert werden dürfen und
5. **nur durch die HBS vervielfältigt** werden, soweit es sich nicht um betriebseigene Berichte handelt.
   Vervielfältigungen sind auf das unumgänglich notwendige Maß zu beschränken.

Haupt-Berichte-Sammlung
Referate-Büro Tel. 9461.

3287-3M-386

3041 – 30 / 4.02 – 9
9 0000107

I.G. H ö c h s t

Physikalisches Laboratorium

Versuche zur Frage der Zündungsgefahr in Zerstäubungs-Trockenanlagen.

Ammoniakwerk Merseburg
G.m.b.H.
Haupt-Berichte-Sammlung
Referate-Büro
Me Nr. 324 / IV b

September 1941.

I.

Zusammenfassung.

Durch näher beschriebene Versuche wurde festgestellt, dass bestimmte Farbstoffe und andere pulverförmige Stoffe, die im Zerstäubungstrockner getrocknet werden sollen, unter Umständen durch elektr. Funken zündbar sind, sodass gewisse Bedenken gegen die Zerstäubungstrocknung dieser Stoffe geltend zu machen sind. Möglichkeiten für eine gefahrlose Betriebsführung werden erörtert.

0000109

Für zahlreiche feinkörnige Stoffe sind Zerstäubungstrockenverfahren vorteilhaft. Bei diesen Verfahren fällt der zu trocknende Stoff zum Schluss als feinverteiltes trocknes Pulver an und besitzt unter Umständen noch eine mehr oder weniger erhöhte Temperatur. Man muss sich die Frage vorlegen, ob in irgend einer Phase des Trockenvorganges bei brennbarem Trockengut eine Entzündungsgefahr besteht. Im Anfang ist die Temperatur des Trockengutes am höchsten; doch ist es dort noch so feucht, dass eine Zündmöglichkeit nicht zu befürchten ist. Im eigentlichen Trockenraum nimmt die Temperatur, aber auch die Feuchtigkeit ab, sodass eine Brandmöglichkeit nicht ausgeschlossen erscheint; allerdings ist dort die Dichte des Pulvers meist gering, sodass eine Staubexplosion, die zu ihrem Zustandekommen stets eine bestimmte Mindestdichte an brennbarem Pulver voraussetzt (vergl. Beyersdorfer u. Braun Z.S. Techn.Phys.9,15 - 18.1928) nicht zu erwarten ist. Das getrocknete Pulver gelangt dann in einen Zyklon oder eine andere Abscheidevorrichtung, insbesondere in sog. Schlauchfilter, und sammelt sich schliesslich in absackfähigem Zustand an. Auf diesem Wege wird offensichtlich die Dichte immer grösser, sodass zum Schluss die Grenze der Explosionsgefährlichkeit mit Sicherheit überschritten wird. Wenn man von Stoffen absieht, die selbstentzündlich sind und deshalb wohl kaum auf diese Weise getrocknet werden, so ist zur Herbeiführung eines Brandes noch eine besondere Zündquelle vorauszusetzen; diese wird normalerweise in einem Staubabscheider nicht vorhanden sein; doch könnte infolge der heftigen Luft- und Staubbewegung eine elektr. Aufladung eintreten, (vgl. weiter unten), die zur Funkenbildung Anlass bieten kann. Aus diesem Grunde schien es angebracht, einige Versuche über die Zündmöglichkeit an verschiedenen üblicherweise im Nubilosa- oder Krause-Trockner getrockneten Farbstoffen, sowie an Stoffen, für die dies Trocknungsverfahren in Aussicht genommen war, anzustellen. Ueber diese Versuche wird anschliessend berichtet.

Zu den Versuchen wurde ein Eisenrohr von 1 m Länge und 50 mm lichte Weite benutzt. Mittels Druckluft konnte das zu untersuchende Pulver der Länge nach durch das Rohr geblasen werden. In etwa 40 cm Abstand von dem Einblasende waren durch 2 sich gegenüberstehende Stutzen isoliert 2 Drähte eingesetzt, die sich auf etwa 3 - 5 mm näherten. Zwischen diesen Drahtenden ging ein Funkenstrom über;

00000110

dieser wurde von einem Hochspannungstransformator geliefert. Der eingeblasene Staub strich also durch diese Funkenbahn hindurch und konnte gezündet werden; im Falle der Zündung schlug dann am Ausblas-Ende eine Flamme heraus. Statt mit Luft konnte das Pulver auch durch andere Gase, z.B. Stickstoff oder Luft-Stickstoff-Gemisch durch das Rohr geblasen werden.

Die Versuche wurden mit einer Reihe von Farbstoffen, sowie mit Kunststoffpulver durchgeführt; bei letzterem handelt es sich um die Frage der Trocknung von in Emulsion polymerisierten Stoffen. Folgende Ergebnisse wurden erzielt:

Pulver	Ergebnis des Blasversuches
a) Farbstoffe:	
J' gelb 3 R	keine Zündung
J' grau M G	" "
J' khaki G G	" "
J' gelb 3 R T	" "
J' goldgelb G K	" "
J' grau M	" "
J' marineblau	" "
Algolscharlach 2 G	zündet regelmässig
J' gelb F F R K	" " "
J' goldgelb R K	fast regelmässig Zündung
J' scharlach G G	besonders starke Zündung
Hansagelb G Plvr	lebhafte Zündung
b) Kunststoffpulver:	
Mowilith F D	sehr lebhafte Zündung
Polyvinylchlorid	keine Zündung
Acronal 10 F D	zündet leicht

In den Fällen, wo nach dieser Zusammenstellung eine Zündung erwähnt ist, ist darunter zu verstehen, dass jedesmal die gesamte im Rohr befindliche Pulvermenge verpuffte, also eine richtige Staubexplosion eintrat. Bei Mowilith F D wurde noch ein Versuch mit einem Gemisch von Luft und Stickstoff, etwa im Verhältnis 1:1, gemacht; hierbei

0000111

trat niemals eine Zündung auf (rd. 10 % Sauerstoff!).

Es wurden noch Zündversuche gemacht mit einer Gasflamme als Zündquelle; hierbei wurde die Flamme eines Bunsenbrenners statt der Funkenstrecke in dem Rohr angebracht. Bei diesen Versuchen trat fast nie eine Entflammung der ganzen Pulvermasse, sondern höchstens eine Entzündung einzelner Partikeln auf.

Es scheint somit, als seien elektrische Funken besonders zündfähig für derartige Zerstäubungen. Wir untersuchten daher noch, ob es möglich ist, dass elektrische Aufladungen durch Reibung der Pulver an den Wandungen infolge der Strömung entstehen. Hierzu bliesen wir einen mit dem Pulver versetzten Luftstrom gegen ein isoliert aufgestelltes, mit einem Elektrometer in Verbindung stehendes Drahtnetz und beobachteten dessen Aufladung. In der Tat zeigte sich bei den meisten untersuchten Pulvern eine sehr starke Aufladung, und zwar im Gegensatz zu den Zündversuchen auch schon bei sehr geringer Konzentration des Pulvers.

Wie bereits eingangs erwähnt, ist im eigentlichen Trocknungsraum die Pulverdichte sehr viel geringer als bei den Zündversuchen. Die genauere Durchrechnung ergibt für den bei uns für die Mowilith-Trocknung im Betrieb befindlichen Nubilosa-Trockner etwa 1,5 g/m^3; bei den Zündversuchen ist dagegen die Dichte etwa 5 bis 10 $kg./m^3$. Wenn auch diese Dichte mit grösster Wahrscheinlichkeit im Trocknungsraum wohl nie erreicht wird, so ist sie doch wesentlich niedriger als bei der Schüttung im Abscheider, d.h. an irgend einer Stelle auf dem Wege vom Trockner zum Abscheider wird dieser Wert erreicht und dann überschritten.

Nach der eingangs erwähnten Abhandlung von Beyersdorfer und Braun liegt die untere Grenze der Dichte für das Zustandekommen einer Staubexplosionsgefahr im allgemeinen bei einigen 100 g/m^3. Ausserdem ist eine gewisse Mindestgrösse der Verbrennungswärme erforderlich, da sonst die Verbrennungswärme eines Teilchens nicht zur Zündung benachbarter Teilchen ausreicht; auch die Zündungstemperatur spielt eine wesentliche Rolle. Für das Mowilithpulver wurden die Verhältnisse durchgerechnet; es ergab sich in der Tat eine der Grössenordnung nach gleich hohe Gefährlichkeit wie etwa

0000112

bei Schwefelpulver.

Die Versuche und Ueberlegungen zeigen, dass man bei Zerstäubungstrocknung von organischen entzündlichen Stoffen die Frage nach der Explosionsgefahr durchaus nicht ausser Acht lassen darf. Ohne Zweifel ist bei den Stoffen, die in unserer Industrie zur Trocknung vorgesehen sind, infolge ihrer Konstitution die Gefährdung grösser als dort, wo heute schon im grossen Masstabe mit Zerstäubung getrocknet wird, wie z.B. in der Lebensmittelindustrie, wo Blut, Milch u.s.w. getrocknet wird, also Stoffe, die infolge ihres Gehaltes an O, N und an Salzen wesentlich weniger zündfähig sind als unsere Produkte, die oft fast nur aus C und H bestehen. Das in unserer Zusammenstellung enthaltene Gegenbeispiel des Polyvinylchlorids zeigt, dass dieser Stoff mit seinen mehr als 55 % Cl völlig ungefährlich ist.

Man muss also wohl von Fall zu Fall prüfen, ob das Trockengut zu gefährlicher Aufladung neigt und besonders leicht zündfähig ist. Gegebenenfalls muss dann die Zerstäubungstrocknung im Umlaufstickstoff oder doch in sauerstoffarmer Atmosphäre (vgl. unsere Anm. I.G.-Nr. 7743) durchgeführt werden.

Boedeker.

0000113

10

BAG 304

TARGET 30/4.02 —— 10

GASIFICATION —— LEUNA

Ammoniakwerk Merseburg
Gesellschaft mit beschränkter Haftung
Haupt-Berichte-Sammlung
Referate-Büro

10 0000C114

Vertraulich!

GASIFICATION
3041 — 30/4.07 — 10

Bericht Nr.: 813 / II

Datum: 16.4.1942

Betrieb: Analyt.Labor.Me 24a

Überschrift: Laboratoriumsarbeiten zur Verfeuerung von Salzkohle.

Verfasser: Dr.Türk

Exemplar 1

Zurück an Referate-Büro Me 24

3569 – 500 – 369 DinA4

Ammoniakwerk Merseburg G.m.b.H.
Analytisches Laboratorium
Me 24a

Leuna, am 16. April 1942

8 13 10 0000115

3041 – 30/4.02 – 10

Laboratoriumsarbeiten zur Verfeuerung von Salzkohle.

V o r t r a g

Dr.Türk

Der Vortrag wurde am 2.3.1942 in Me 24 gelegentlich einer Besprechung der Energieabteilung gehalten, an der Herren der I.G.-Bergwerke und der Buna-Werke G.m.b.H. teilnahmen.

Türk

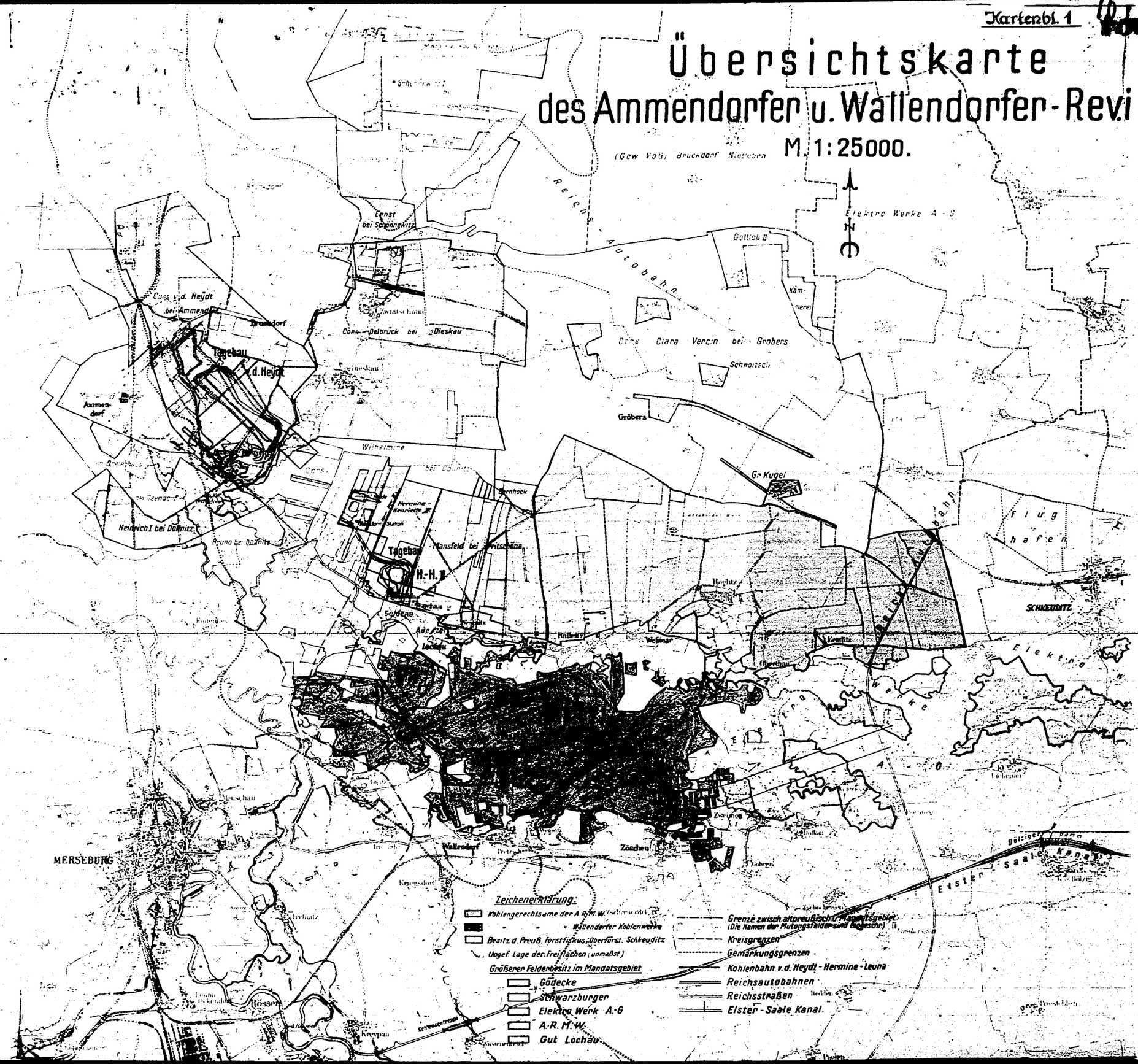
Verteiler:

1	Dir.Dr.Herold
2	Obering. Wälder
3	Obering. Wolf
4-6	H.B.S.
7	A.B.S.
8	Verfasser
9-10	Reserve.

Kartenbl. 1

Übersichtskarte
des Ammendorfer u. Wallendorfer-Revi

(Gew. Verb.) Bruckdorf Nietleben M. 1:25000.



Anders ist es mit dem Gehalt an Asche. Elise II-Kohle hatte einen Aschengehalt von 8.4 %, die Otto-Tannenberg-Kohle sogar einen solchen von 9.6 %, die Hermine-Henriette-II-Kohle dagegen nur 6.9 % und die v.d.Heydt-Kohle gar nur 6.5 %.

Die Kohlenstoffwerte sind bei Elise II 27.4 %, bei Otto-Tannenberg 25.6 %, bei Hermine-Henriette II aber 28.3 % und bei v.d.Heydt sogar 29.2 %.

Dementsprechend hat die Elise II einen Heizwert von nur 2283 cal, die Otto-Tannenberg von 2078 cal, die Hermine-Henriette II aber von 2425 cal und die v.d.Heydt von 2447 cal.

Betrachten wir uns aber die mineralischen Bestandteile der Kohlen, so fällt der Vergleich sehr zu Ungunsten der Ammendorfer Kohlen aus.

Tabelle 2.

	Elise II	Otto-Tannenberg	Hermine-Henriette II	v.d.Heydt
	%	%	%	%
SiO_2	17.1	28.6	18.2	38.3
Al_2O_3	1.6	16.3	7.4	2.6
Fe_2O_3	2.0	2.4		2.1
CaO	35.7	23.4	16.1	25.2
MgO	5.5	3.1	2.4	3.8
Na_2O	0.4	0.6	19.2	2.5
SO_3	37.4	26.1	28.9	26.2
Cl	-	-	8.8	-
		Berechnete Salze:		
NaCl			15.0	-
Na_2SO_4			25.8	5.7

Die Hauptbestandteile der Elise-II-Asche sind CaO mit 35.7 % und SO_3 mit 37.4 %. Beide zusammen ergeben Gips. Die Asche enthält als weiteren Bestandteil Sand mit 17.1 %.

Auch die Hauptbestandteile der Otto-Tannenberg-Asche sind CaO mit 23.4 % und SO_3 mit 26.1 %. Ausserdem enthält die Tannenbergasche etwas Ton (Al_2O_3 = 16.3 %, SiO_2 = 28.6 %).

Die Asche der Hermine-Henriette-II enthält auch reichlich CaO und SO_3, ebenso auch etwas Sand (18.2 % SiO_2). Aber während die Aschen der Geiseltalkohlen nur ganz geringe Mengen von Na_2O

70000119

enthalten, enthält die Hermine-Henriette-II-Asche davon reichliche Mengen, in unserem Falle 19.2 %. Dieses Na_2O ist nicht in Form von freiem Ätznatron in der Asche, sondern an Cl (8.8 %) und SO_3 gebunden. Es berechnen sich daraus die beiden Salze:

Kochsalz mit 15.0 % und Na_2SO_4 mit 25.8 %.

Diese beiden Salze sind es, die die Ammendorfer Kohlen so schwer verwendungsfähig machen.

Es soll hier kurz eingefügt werden, wie diese beiden Salze in die Kohle gelangt sind. Man nimmt an, dass das Kochsalz Salzsolen entstammt, wie sie hier in der ganzen Umgebung vorkommen. Es sei auf Bad Dürrenberg und andere Salzsolen hingewiesen. Die Salzsole entstammt dem Zechstein, ist durch Spalten des Gebirges hindurchgedrungen und hat in langen Zeiträumen die in der Bildung befindliche oder vielleicht schon gebildete Braunkohle durchtränkt. Das Natriumsulfat ist in der Kohle selbst nicht enthalten. Es bildet sich bei der Verbrennung der Kohle dadurch, dass einerseits organische Natriumverbindungen, z.B. huminsaures Natrium, verbrennen, wobei freies Ätznatron in der Asche zurückbleibt. Andererseits verbrennen gleichzeitig organische Schwefelverbindungen zu SO_2. Das SO_2 wird durch das Ätznatron festgehalten. Es bildet sich Natriumsulfit und das Natriumsulfit geht durch weitere Oxydation in das Natriumsulfat über.

Die Asche der v.d.Heydt-Kohle besteht ebenfalls aus Gips und Sand. Der Na_2O-Gehalt ist erheblich geringer als der der Hermine-Henriette-II-Asche. Cl ist in dieser Asche nicht enthalten. Aus dem Natriumgehalt von 2.9 % errechnet sich ein Natriumsulfat-Gehalt von 5.7 %.

Schon aus der Gegenüberstellung des Natriumgehaltes der Hermine-Henriette-II-Asche und der v.d.Heydt-Asche mag hervorgehen, dass die Ammendorfer Kohlen zwar alle Natrium enthalten, dass aber der Grad der Versalzung je nach der Lagerstätte der Kohle sehr verschieden ist. Es wurden daher in den letzten 10 Jahren sehr umfangreiche Bohrungen durchgeführt, einerseits, um salzarme Kohle aufzufinden, andererseits aber, um Anhaltspunkte zu gewinnen, mit wie starken Alkaligehalten der Kohle in Zukunft gerechnet werden muss.

Wie bei den Bohrungen verfahren wurde, sei an Hand eines typischen Bohrloches des Feldes der Hermine-Henriette II erläutert.

10000001320

Tabelle 3.

Hermine-Henriette II

Bohrloch 180

Teufe m	Na_2O %	Cl %	NaCl +) %	Na_2SO_4 +) %
Oberflöz				
5,60 - 7,60	0.9	0.0	0.0	2.1
7,60 - 8,70	0.9	0.0	0.0	2.1
Durchschnitt Oberflöz	0.9	0.0	0.0	2.1
Hauptflöz				
23,40 - 25,40	6.2	0.1	0.2	14.0
25,40 - 27,40	5.4	0.5	0.8	11.5
27,40 - 29,40	10.3	0.9	1.5	21.8
29,40 - 31,40	13.2	1.6	2.6	27.0
31,40 - 33,40	19.7	5.8	9.6	33.5
33,40 - 35,40	24.0	10.0	16.5	35.0
35,40 - 37,40	25.4	13.3	21.9	31.6
37,40 - 39,80	21.2	12.1	19.9	24.3
Durchschnitt Hauptflöz	15.7	5.5	9.1	24.8

+) aus Cl und Na_2O berechnet.

In 5.60 m Teufe wurde zunächst ein Oberflöz angebohrt, das bis zu 8.70 m reicht. Dann wurde ein Mittel durchstossen. Bei 23.40 m wurde dann das Hauptflöz angetroffen, das bis zu 39.80 m reicht. Proben wurden immer von 2 zu 2 m genommen. Die einzelnen Proben wurden im Laboratorium auf ihren Gehalt an Wasser und Asche und dann die Asche auf ihren Gehalt an Na_2O und Cl untersucht. Die Asche der Oberflözkohle ist arm an Na_2O. Chlor enthält sie überhaupt nicht. Der Na_2O-Gehalt liegt gewöhnlich bei etwa 1 %. Die Oberflöze sind bis jetzt nicht verwertet worden; ihre Kohle ist sehr aschenreich. Es wird aber in Zukunft zu prüfen sein, ob man sie nicht mit der Hauptflözkohle vermischen soll, da ihre Asche tonreicher ist als die der Hauptflözkohle.

Bezüglich des Na_2O-Gehaltes der Asche der Hauptflözkohle läßt sich feststellen, dass dieser bei allen Bohrlöchern zunimmt, je tiefer im Flöz die Kohle entnommen wird.

Beim Bohrloch 180 beginnt der Na_2O-Gehalt bei 6.2 %, steigert sich über 5.4 % auf 10, 13, 19, 24 und 25 % und nur die untersten 2 m haben wieder einen etwas geringeren Gehalt mit 21 %. Es wird also immer, wenn die Kohle im Hoch- und Tiefschnitt gefördert wird, der Hochschnitt eine salzärmere Kohle liefern als der Tiefschnitt.

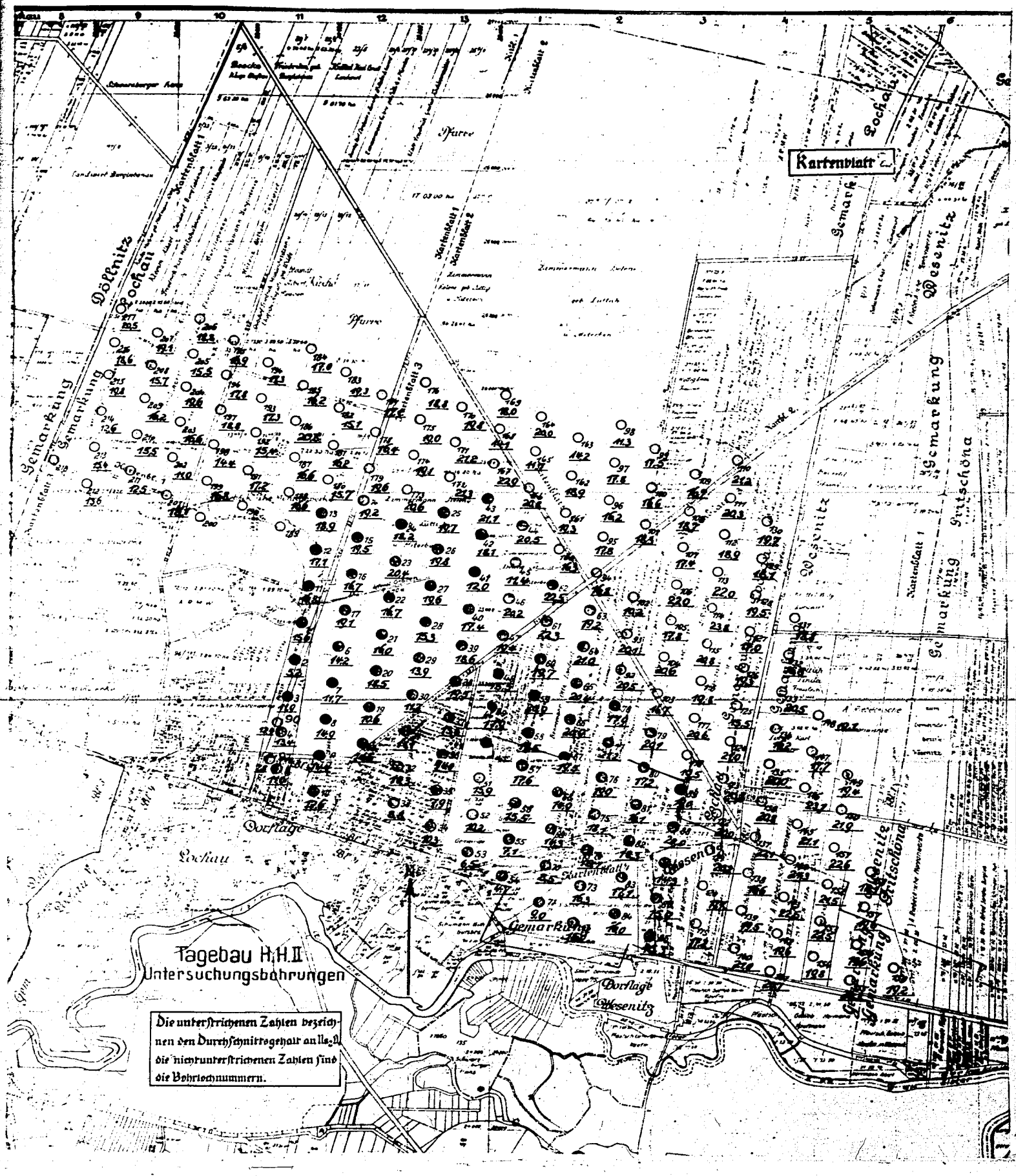
Für das ganze Hauptflöz haben wir dann Mittelwerte für Na_2O errechnet, in unserem Falle 15.7 %. Diese Mittelwerte sind in Kartenskizzen eingetragen worden. Sie geben gute Vergleichswerte hinsichtlich der Versalzung der Kohle. Da die beiden Salze: Kochsalz und Natriumsulfat, sich bei der Verfeuerung der Kohle in fast gleicher Weise störend bemerkbar machen, ist es ausreichend, das Gesamtnatriumoxyd als Gradmesser der Versalzung zu wählen.

Auch die Cl-Werte nehmen im Flöz von oben nach unten hin zu. Bis zu einem Na_2O-Gehalt von 10-12 % ist der Cl-Gehalt im allgemeinen gering. Aber dann erfolgt ein rascher Anstieg. Beim Bohrloch 180 beginnt der Chlorgehalt mit 0.1 %, steigt dann auf 0.5, 0.9, 1.6, 5.8, 10.0, 13.3 und 12.1 %. Im Mittel ergibt das 5.5 %. Wir können aus Chlor und Na_2O das Kochsalz und das Natriumsulfat berechnen, und es ist deutlich, dass ein rascher Anstieg des Natriumsulfats festzustellen ist bis zum Gehalt von 25-30 %, dann erfolgt aber nur noch ein langsamer Anstieg. Aber gleichzeitig setzt dann ein sehr rascher Anstieg des Kochsalzgehaltes ein.

Kartenblatt 2 zeigt das Bohrfeld der Hermine-Henriette II. Da es sich hier um das Feld handelt, das in den nächsten Jahren abgebaut werden soll, sind die einzelnen Bohrungen sehr dicht beieinander angesetzt. Sie liegen nur 100 m auseinander. Im südwestlichen Teil liegt der Tagebau Hermine-Henriette II selbst und zwar nach dem Stand von 1929. Es ist damals wenig Kohle gefördert worden. Dann wurde der Tagebau überhaupt stillgelegt und erst nach 1934 wurde die Förderung wieder aufgenommen. Heute steht die Strosse ungefähr längs der Bohrlöcher Nr. 40 - 34. In dem Teil, der dem Dorf Lochau benachbart liegt, findet man eine verhältnismässig salzarme Kohle. Die Werte liegen hier bei etwa 10 % und darunter. Von dieser salzarmen Kohle wird noch etwa 1 Jahr lang gefördert werden können, dann wird aber durchweg mit Werten, die an 20 % herankommen, gerechnet werden müssen, wie wir sie auch heute schon im nördlichen Teil der Strosse haben. Im östlichen Teil dieses Bohrfeldes haben wir Werte, die noch etwas über 20 % liegen. Im nordwestlichen Teile liegen sie meistens nicht weit über 16 - 17 %.

Ein weiteres Bohrfeld schliesst sich im Osten und im Norden an. Auch das Wallendorfer Revier wurde abgebohrt, ebenso das Feld der Grube v.d.Heydt und das Bruchdorfer Kohlenfeld. Alle Bohrungen

0000122


Kartenblatt
Döllnitz
Pochau
Gemarkung
Vorlage
Tagebau H,H.II
Untersuchungsbohrungen
Die unterstrichenen Zahlen bezeichnen den Durchschnittsgehalt an Ilm. die nichtunterstrichenen Zahlen sind die Bohrlochnummern.

im einzelnen zu besprechen, würde zu weit führen.

Wenn wir aber das Ergebnis auf einem Blatt zusammentragen, so kommen wir zu folgendem Bild (Kartenblatt 3). Die salzreichste Kohle liegt nördlich Pritzschöna. Hier wurde Kohle mit einem Gehalt von durchschnittlich 26 - 29 % Na_2O in der Asche gefunden. Wenn die Annahme richtig ist, dass das Alkali Solen entstammt, die durch Spalten des Gebirges hochgepresst wurden, dann muss eine solche Spalte hier vorhanden sein. Von hier aus ist das Salz nach allen Richtungen hin abgeflossen und zwar kann man feststellen, dass der Alkaligehalt der Kohle am schnellsten in östlicher Richtung hin abnimmt. Schon südöstlich Wessmar haben wir nur noch 11 % und dann noch weiter südlich 9 - 6 % Na_2O. Auch nach Süden nimmt der Gehalt verhältnismässig rasch ab; bei Wallendorf haben wir noch etwa 5 %. In westlicher Richtung nimmt der Alkaligehalt wesentlich langsamer ab, sodass man annahmen kann, dass die Salzsole in Richtung des Flusslaufes der Elster abgeflossen ist.

In der Nähe des Tagebaues Hermine-Henriette II liegen die Werte noch bei etwa 16 - 20 %, dann kommt eine Lücke im Bohrfeld.

Im östlichen Teil des Feldes v.d.Heydt werden etwa 6 % Na_2O gefunden. Man wird nicht fehl gehen, wenn man die Gehalte zwischen dem Felde der Hermine-Henriette II und dem Felde v.d.Heydt auf 6 - 16 % schätzt.

Im westlichen Teil des Feldes von der Heydt bei Ammendorf sinkt der Gehalt dann auf etwa 1 - 2 %. Auch am Bahnhof Halle werden diese geringen Werte gefunden. Zwischen Dieskau, Bornhoek und Bennewitz wurden Werte gefunden, die im allgemeinen zwischen 10 - 20 % liegen. Bei Zwintschöna stellten wir nur 1 % fest. Jedoch ist die Mächtigkeit des Flözes hier gering.

Aus all' diesen Bohrungen geht hervor, dass zwar an den Rändern des Kohlenvorkommens noch etwas salzarme Kohle liegt, dass wir in Zukunft aber im grossen und ganzen mit Kohlen zu rechnen haben, deren Alkaligehalt beträchtlich ist. Für die allernächste Zeit müssen wir mit Alkaliwerten von etwa 20 % rechnen.

Inwiefern macht sich nun dieser Alkaligehalt bei der Verfeuerung störend bemerkbar? Das in der Hermine-Asche enthaltene Kochsalz und das in ihr enthaltene Natriumsulfat bringen die Aschenteilchen bei Feuerungstemperatur zum Erweichen, zum Sintern und

10000104

Kartenblatt 3

Kamena
Dülben
Sternewitz
Naundorf
Kleinkugel
Zwintschöna
Brehmdorf
Pieskau
Bennewitz
Osmünde
Bennedorf
Gröbern
Oschmdorf
Döllnitz
Collenbey
Burglieberau
Raßnitz
Weßmar
Röglitz
Wallendorf
Zöschen
Kriegsdorf

Alkali (Na_2O)-Gehalte der Braunkohlenaschen

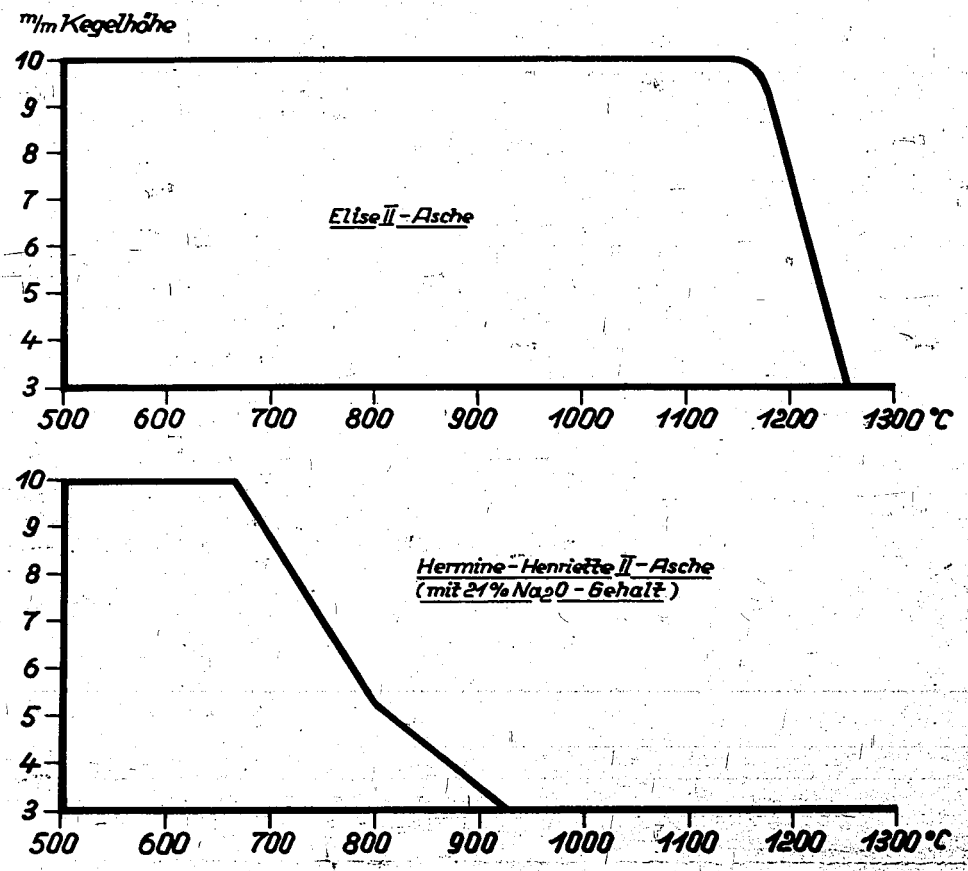
- 0-10% Na_2O in der Asche
- 10-20% "
- 20-25% "
- über 25% "

zum Schmelzen und machen sie klebrig, denn das Kochsalz schmilzt für sich allein schon bei 800°C und das Natriumsulfat bei 884°C. Die angeschmolzenen Aschenteilchen werden durch die Rauch[illegible] mitgerissen und setzen sich an kälteren Stellen des Kessels fest und erstarren dort. Es kommen immer neue Partikelchen hinzu. Dadurch entsteht allmählich eine zähflüssige Kruste, die, wenn sie stark genug geworden ist, den Kessel verstopft und zum Erliegen bringt. In kaltem Zustande ist die Kruste glasig hart. Es handelt sich also um ein Schmelzproblem der Asche.

Das veranlasste uns, das Schmelzverhalten der Asche im Laboratorium eingehend zu untersuchen. Man kann das mit Hilfe des Apparates von Bunte-Baum machen. Aus der Asche wird mit Hilfe von etwas Dextrin ein genau 10 mm hoher Zylinder, ein sogenannter Kegel, hergestellt. Dieser Kegel wird in den Apparat eingesetzt, schwach belastet, und nun wird in genau festgelegten Zeitabständen hochgeheizt. Ein automatischer Schreiber registriert laufend die Höhe des Kegels auf einem Papierstreifen. Man kommt dadurch zu Schmelzdiagrammen, wie sie Kurvenblatt 1 zeigt.

Kurvenblatt 1

Schmelzdiagramme nach Bunte-Baum.



Der Kegel einer typischen Elise II-Asche behält seine Höhe von 10 mm bei 600, 800, 1000 und 1100°C bei, bei 1150°C fängt er an zu erweichen und schmilzt dann sehr schnell bei etwa 1200°C zusammen.

Anders ist das Schmelzdiagramm der Hermine-Henriette-II-Asche. Wir haben hier eine Asche, die einen Na_2O-Gehalt von 21 % hat. Schon wenn die Temperatur von 700°C erreicht ist, erfolgt vollständiges Zusammenschmelzen.

Nun kann man das Schmelzverhalten von Aschen und Schlacken beeinflussen. Es ist bekannt, dass man beispielsweise im Hochofenbetrieb oder unseren Abstichgeneratoren, wo es darauf ankommt, eine flüssige Schlacke zu erhalten und die Asche des verwendeten Kokses aus Ton besteht, ein Flussmittel zusetzt. Man verwendet dazu Kalkstein. Man könnte ebensogut Natriumsalz verwenden. Wir hier wollen verhindern, dass unsere Kesselhausasche zum Schmelzen kommt und müssen daher den Schmelzpunkt in die Höhe setzen. Das gelingt. Man erhält beim Zusatz von Ton zur Hermine-Henriette-II-Asche Schmelzdiagramme, die denjenigen der Elise-Asche ähnlich sind, und schon bei Versuchen, die vor 6 Jahren ausgeführt wurden, haben wir festgestellt, dass etwa 2-3 % Tonzusatz zur grubenfeuchten Hermine-Kohle genügen müssten, um das Schmelzverhalten der Asche ausreichend zu korrigieren. Der Dampfbetrieb hat nicht sofort Ton der Kohle zugesetzt. Er hat vielmehr Hermine-Henriette-Kohle mit Tannenberg-Kohle gemischt, von der wir wissen, dass sie Ton enthält. Erst später ist der Dampfbetrieb dann dazu übergegangen, auch Ton selbst der Kohle zuzusetzen; er ist aber mit den von uns angegebenen geringen Tonmengen nicht ausgekommen. Er begann mit einem Zusatz von etwa 5 % Ton, steigerte dann auf 8 % und setzt heute etwa 10 - 12 % Ton zu. Zwischen den Versuchen des Laboratoriums und den tatsächlichen Erfahrungen des Dampfbetriebes bestand also ein Missverhältnis, wobei wohl zunächst zweierlei nicht genügend berücksichtigt worden ist. Erstens einmal wird es dem Dampfbetrieb niemals möglich sein, Ton und Kohle so gut zu mischen, wie das im Laboratorium geschehen kann und zweitens wurde zunächst nicht genügend beachtet, dass für die Versuche im Laboratorium reiner Ton, also Kaolin, verwendet worden ist, der im geglühten Zustand einen Al_2O_3-Gehalt von etwa 40 % hat, während der dem Betrieb zur Verfügung stehende Ton in geglühtem Zu-

stand nur 20 % Al_2O_3 enthält.

Es soll kurz der Unterschied zwischen Kaolin und Ton erläutert werden. Ton ist (Al_2O_3) x (SiO_2) y. Im Kaolin ist x = 1 u. y = 2. In unreinen Ton besteht kein festes Verhältnis von x zu y. Es kommt ganz auf die Herkunft des Tones an. In unserem Betriebston wird x = 1 u. y = ca. 3 sein. Wie schwankend ausserdem die Al_2O_3-Werte unseres Betriebstones sind, geht aus Kurvenblatt 2 hervor. (s.Seite -10-).

Die höchsten Werte liegen bei ungefähr 25 %, die niedrigsten bei 15 %. Im Durchschnitt kann man einen Wert von etwa 20 % annehmen. Auf der Suche nach besserem Ton sind in der letzten Zeit Bohrungen vorgenommen worden; dabei wurde Ton von durchschnittlich 25 % Al_2O_3-Gehalt gefunden.

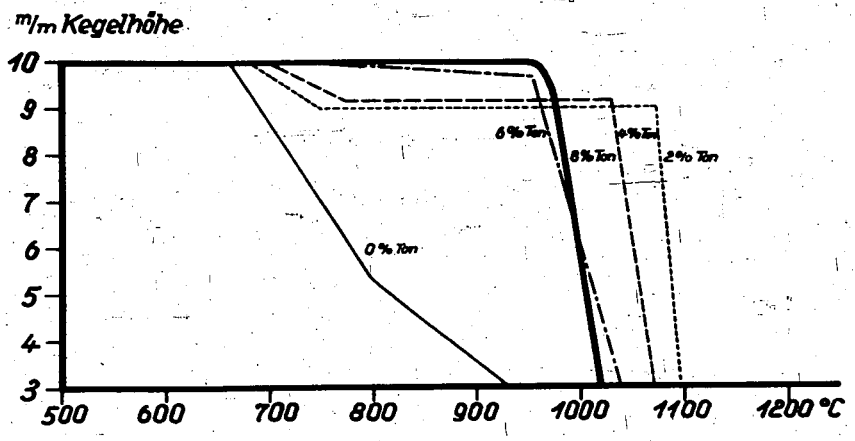
Um nun das Missverhältnis, wonach das Laboratorium etwa 3 % Tonzusatz für ausreichend gefunden und der Betrieb 10 - 12 % Ton tatsächlich gebraucht hat, restlos zu klären, hat Herr Obering. Wolf angeregt, im Laboratorium neue Versuche zu beginnen und zwar mit Betriebston. (Kurvenblatt 3).

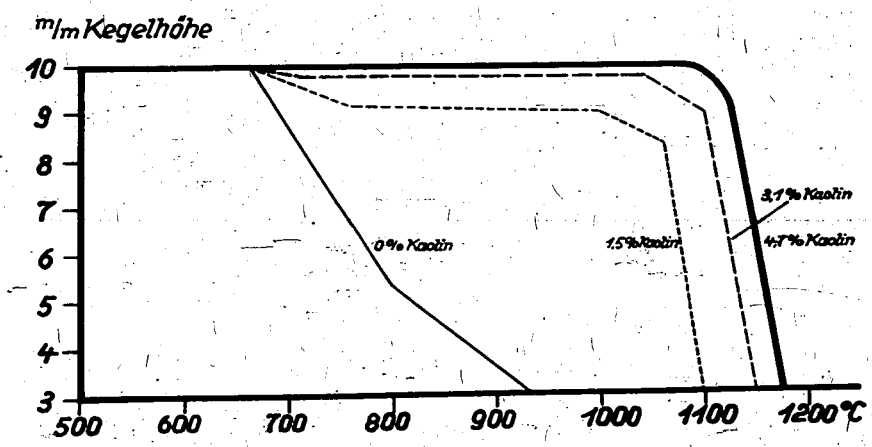
Kurvenblatt 3

Schmelzdiagramme nach Bunke - Baum.

Hermine - Henriette I - Asche mit Ton -, bezw. Kaolin - Zusatz

(Na_2O - Gehalt der Asche 2,1 %
Al_2O_3 - Gehalt des Tons 19 %)





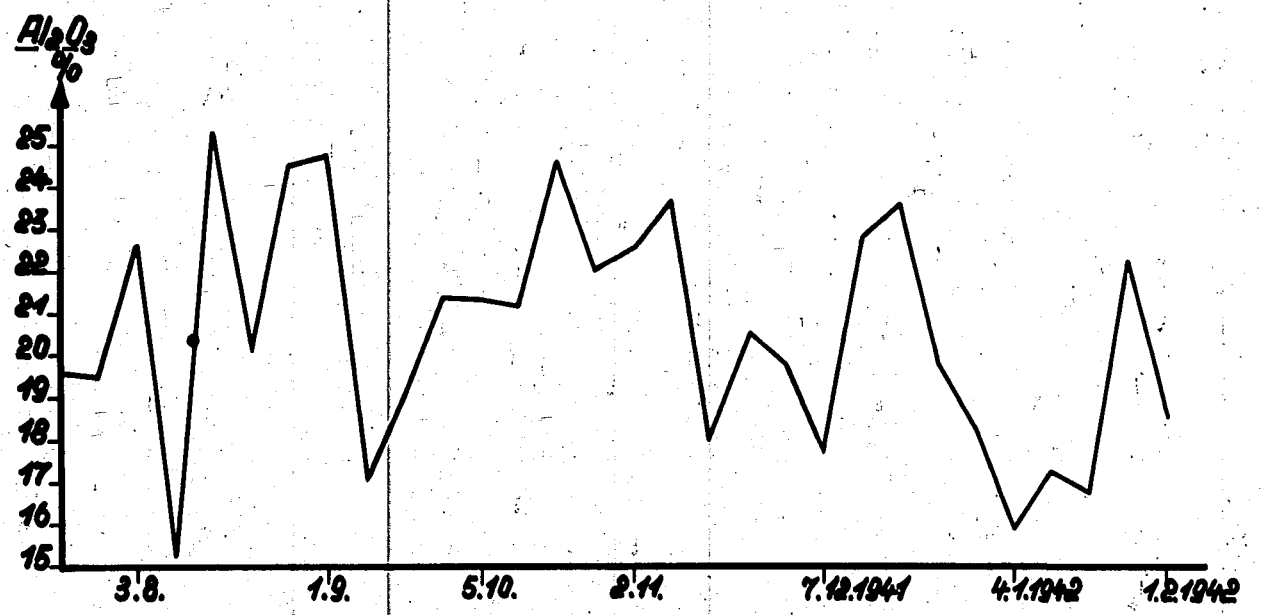
-10-

Kurvenblatt 2

Zusatzton f. Salzkohle

Wochendurchschnitte.

Al_2O_3-Gehalt des geglühten Tons.



10000128

Es wurde eine Hermine-Henriette-Kohle verwendet, die 21 % Na_2O in der Asche enthält. Luftgetrocknete Kohle wurde mit luftgetrocknetem Ton im Verhältnis gemischt, dass 2 Teile trockener Ton auf 98 Teile grubenfeuchte Kohle trafen. Das Schmelzverhalten dieses Gemisches ist durch die punktierte Kurve dargestellt. Das Diagramm verläuft erheblich günstiger als das der reinen Asche, aber die Sinterung oder Erweichung beginnt dennoch schon bei etwa 700°. Nicht wesentlich besser verläuft die Kurve, wenn man 4 % Ton zumischt. Auch beim Zusatz von 6 % Ton verläuft die Kurve noch unbefriedigend, und erst beim Zusatz von 8 % Ton behält der Kegel seine 10 mm Höhe bis zu nicht ganz 1000° und schmilzt dann rasch zusammen. 8 % Tonzusatz sind also unbedingt erforderlich. Der verwendete Ton enthielt geglüht 19 % Al_2O_3.

Eine neue Versuchsreihe wurde durchgeführt unter Verwendung von Ton mit etwa 24 %. Die Kurven verlaufen etwas günstiger, jedoch immer noch nicht befriedigend.

Nun wurde die gleiche Versuchsreihe unter Verwendung von Kaolin wiederholt. Die Schmelzkurve mit einem Zusatz von 1.5 % Kaolin befriedigt nicht. Die Erweichung beginnt bereits bei 700°. Es wurde daher nun 3.1 % Kaolin zugesetzt; auch hier lässt sich eine schwache Erweichung noch bei 700° feststellen. Sie ist jedoch minimal.

Setzt man 4.7 % Kaolin zu, dann erhält man eine sehr gute Kurve. Die Kegelhöhe bleibt unverändert auf 10 mm bis zu etwa 1100°C und dann erfolgt ein rasches, scharfes Schmelzen. Das Zusammenschmelzen erfolgt bei einer um 150° höheren Temperatur als beim Zusatz von Betriebston. Da die mit 3.1 % Kaolinzusatz erhaltene Schmelzkurve schon recht nahe der Kurve mit 4.7 % Zusatz verläuft, lässt sich folgern, dass der erforderliche Kaolinzusatz zwischen 3 und 4 % liegt. Die Laboratoriumsversuche, die seinerzeit mit Kaolin durchgeführt wurden, gehen also in Ordnung.

Andererseits wurde aber auch dem Dampfbetrieb bestätigt, dass er ohne den Tonzusatz von 10-12 % nicht auszukommen vermag. Schon im Laboratorium wurde ein Zusatz von mindestens 8 % Betriebston für notwendig gefunden. Berücksichtigt man, dass das Laboratorium Trokkenton verwenden musste, während der Dampfbetrieb Nasston zusetzt und dass deshalb etwa 1/5 noch zugeschlagen werden muss, so kommt man auf etwa 9 - 10 % Tonzusatz.

Wenn man ferner berücksichtigt, dass die Mischmöglichkeit des Betriebes erheblich weniger gut ist als die des Laboratoriums

dann muss ein Zusatz von 10 - 12 % als angemessen erscheinen. Soll der Tonzusatz des Betriebes verringert werden, dann ist die Voraussetzung dazu, dass ihm ein wesentlich besserer Ton zur Verfügung gestellt wird.

Nachdem nunmehr erkannt war, dass das Schmelzverhalten der Salzkohlenasche durch Tonzusatz verbessert werden kann, gingen wir daran, Klarheit darüber zu gewinnen, durch welche Vorgänge diese Besserung erzielt wird, denn es musste schliesslich mit den niedrig schmelzenden Salzen (Kochsalz und Natriumsulfat) eine Veränderung vorsich gegangen sein. Die beiden Salze konnten möglicherweise verdampfen, besonders das Kochsalz. Wir werden aber sehen, dass ein Verdampfen nur in beschränktem Umfange in Betracht kommt. Die Veränderungen, die Kochsalz und Natriumsulfat erleiden, sind anderer Natur.

Wir haben folgende Versuche ausgeführt: Salzkohle mit 19 % Na_2O in der Asche wurde bei 500° verascht. Das sind verhältnismässig milde Bedingungen, bei denen man wohl eine normale Asche erhält und Verluste an Aschensubstanz noch nicht eingetreten sein können. Dann wurde dieselbe Kohle bei 1000°, 1100°, 1200° und 1300°C verascht, die Asche gewogen und analysiert und dann mit der bei 500° erhaltenen Asche verglichen. Weiterhin wurde der lufttrockenen Kohle 5,85 % geglühter Kaolin zugesetzt und ebenfalls bei 1000 - 1300° verascht, von der erhaltenen Asche das zugesetzte Kaolin in Abzug gebracht, die reine Asche berechnet und dann ebenfalls mit der bei 500° erhaltenen Asche verglichen. Der Tonzusatz wurde dann noch auf 11.70 und 17.55 % gesteigert.

Tabelle 4.

Zuschlagmenge	Veraschungstemperatur °	Verlust auf reine Kohlenasche berechnet %
Kohlenasche 500° ohne Zuschlag	1000	4.2
	1100	12.0
	1200	12.5
	1300	16.4
5.85 % Kaolinzuschlag	1000	11.0
	1100	22.6
	1200	33.6
	1300	38.8
11,70 % Kaolinzuschlag	1000	20.7
	1100	28.9
	1200	35.9
	1300	39.8
17.55 % Kaolinzuschlag	1000	26.8
	1100	35.3
	1200	41.5
	1300	41.5

Wie aus Tabelle 4 hervorgeht, ist das Gewicht der bei 1000°C erhaltenen Asche um 4.2 % geringer als das der Asche von 500°. Verascht man bei 1100°, dann beträgt der Gewichtsverlust 12 %, bei 1200° 12.5 % und bei 1300° 16.4 %. Setzt man 5.85 % Kaolin zu, dann erhalten wir schon bei 1000° Gewichtsverluste von 11 %, die sich auf 38.3 % steigern, wenn man bei 1300° verascht. Wenn man 11.70 % Kaolin zusetzt, dann erhält man bei 1000° schon Gewichtsverluste von 20.7 %, bei 1300° von 39.8 %. Bei 17.55 % Kaolinzusatz kann der Verlust bis zu 41.5 % gesteigert werden. Praktisch wird also der höchste Gewichtsverlust schon bei 5.85 % Kaolinzusatz und 1300° Temperatur erreicht.

Worauf diese Gewichtsverluste zurückzuführen sind, zeigt teilweise die Tabelle 5.

Tabelle 5.

Zuschlag %	Veraschungstemperatur. °	Chlorverlust der Asche bezogen auf Sollwert = 100 %
ohne	1000	37.2
5.85	1000	74.0
11.70	1000	89.2
17.55	1000	100.0
ohne	1100	87.2
5.85	1100	94.8
11.70	1100	97.9
17.55	1100	100.0
ohne	1200	89.6
5.85	1200	100.0
11.70	1200	99.3
17.55	1200	100.0
ohne	1300	100.0
5.85	1300	100.0
11.70	1300	100.0
17.55	1300	100.0

Schon wenn man ohne Kaolinzuschlag bei 1000°C verascht, dann verliert die Asche 37.2 % Chlor, bei 11.70 % Zuschlag und gleicher Temperatur bereits 89.2 % und bei 17.55 % Zuschlag 100 %. Bei 1100° Temperatur liegen die Chlorverluste noch erheblich höher. Schon ohne Kaolinzuschlag gehen 87 % flüchtig, mit Kaolinzuschlag praktisch alles Chlor. Der Chlorverlust ist also 100%ig.

Der übrige Teil des Veraschungsverlustes entfällt auf die Schwefelsäure.(Tabelle 6).

10 V0000132

Tabelle 6.

Zuschlag %	Veraschungs-temperatur °	SO_3-Verlust bezogen auf Sollwert = 100 %
ohne	1000	-
5.85	1000	21.5
11.70	1000	34.6
17.55	1000	43.7
ohne	1100	-
5.85	1100	34.5
11.70	1100	53.9
17.55	1100	66.9
ohne	1200	-
5.85	1200	56.5
11.70	1200	70.4
17.55	1200	80.4
ohne	1300	10.0
5.85	1300	73.2
11.70	1300	80.2
17.55	1300	79.6

Bei 1000°C und ohne Kaolinzuschlag geht noch keine Schwefelsäure verloren. Setzt man aber bei gleicher Temperatur 5.85 % Kaolin zu, dann beträgt der Verlust schon 21.5 %, mit 17.55 % Zuschlag 43.7 %. Auch bei 1100° Temperatur und ohne Kaolinzuschlag tritt kein Schwefelsäureverlust ein. Mit 5.85 % Kaolin beträgt er aber bereits 34.5 %, mit 17.55 % Zuschlag 66.9 %. Auch bei 1200°C tritt ohne Kaolinzuschlag kein SO_3-Verlust ein. Bei 5.85 % Kaolin beträgt er aber 56.5 %, bei 17.55 % Zuschlag 80.4 %. Noch höhere Schwefelsäureverluste wurden auch bei 1300° nicht erreicht.

Das gesamte Chlor und bis zu 80 % des vorhandenen SO_3 gehen also bei genügend hoher Temperatur und ausreichendem Kaolinzusatz flüchtig. Nicht flüchtig geht dagegen die den Säureäquivalente Menge Na_2O, wie aus Spalte 3 der Tabelle 7 zu erkennen ist.

Tabelle 7.

Zuschlag	Veraschungs-temperatur	Gesamt-alkali-gehalt	Sollwert	Verbrauch an n/10 - HCl für 0,5 g	Im H_2O-Auszug werden an Gesamtalkali nicht gefunden
5,85	1000	12.1	13.7	0.6	44 %
11,70	1000	10.3	10.7	0.6	67 %
17,55	1000	8.5	8.7	1.3	80 %
5,85	1100	11.0	13.7	0.6	58 %
11,70	1100	10.0	10.7	0.5	84 %
17,55	1100	7.6	8.7	0.9	94 %

Zuschlag	Veraschungs-temperatur	Gesamt-alkali-gehalt	Sollwert	Verbrauch an n/10 - HCl für 0,5 g	Im H_2O-Auszug werden an Gesamtalkali nicht gefunden
5.85	1200	9.8	13.7	-	71 %
11.70	1200	9.8	10.7	0.6	96 %
17.55	1200	7.7	8.7	0.9	96 %
5.85	1300	10.4	13.7	-	70 %
11.70	1300	10.0	10.7	0.4	98 %
17.55	1300	7.9	8.7	0.8	97 %
ursprüngl. Asche 500°				2.0	

Die Na_2O-Verluste sind, wie der Vergleich mit der Spalte 4 zeigt, gering. Ausgenommen sind die Fälle, in denen 5.85 % (also unzureichend) Kaolin zugemischt worden war. In diesen Fällen sind die Natriumverluste deutlich, Kochsalz sublimiert.

Es war nun zu klären, in welcher Form das Na_2O in der Asche zurückbleibt. Wenn es als freies Na_2O, also als Ätznatron vorhanden wäre, dann müsste es sich leicht in Wasser lösen, und die sich bildende Natronlauge könnte mit $\frac{n}{10}$ Säure titriert werden. Aus Spalte 5 der Tabelle ist aber ersichtlich, dass ein Säureverbrauch kaum vorhanden ist. Ein halbes Gramm Asche mit Wasser ausgekocht, verbraucht durchschnittlich nur etwa 1 ccm $\frac{n}{10}$ Salzsäure, während schon die Asche von 500°C 2 ccm $\frac{n}{10}$ HCl verbraucht. Der Säureverbrauch ist so gering, dass er keine Rolle spielt. Freies Ätznatron ist also in der Asche nicht enthalten. Das Na_2O muss sich wieder an eine Säure gebunden haben, und da eine andere als Kieselsäure nicht vorhanden ist, bleibt keine andere Möglichkeit, als dass sich das Natrium zu Natrium-Aluminiumsilikat umgesetzt hat.

Wenn sich Natrium-Aluminiumsilikat gebildet hat, dann muss das Natrium in eine wasserunlösliche Form übergegangen sein. Das ist auch tatsächlich der Fall, wie aus der Spalte 6 zu erkennen ist. Bereits bei Zuschlag von 5.85 % Kaolin und 1000° Temperatur sind 44 % des Natriums wasserunlöslich geworden. Bei gleicher Temperatur und 17.55 % Kaolin 80 %. Praktisch erfolgt ein nahezu 100 iger Umsatz zu wasserunlöslichem Alkali, wenn 11.70 % Kaolin zugesetzt und auf 1200°C erhitzt wird.

Folgende 2 Reaktionen laufen also ab

$$2\,NaCl + H_2O + (Al_2O_3)x \cdot (SiO_2)y \longrightarrow Na_2O \cdot (Al_2O_3)x \cdot (SiO_2)y + 2\,HCl$$

$$Na_2SO_4 + (Al_2O_3)x \cdot (SiO_2)y \longrightarrow Na_2O \cdot (Al_2O_3)x \cdot (SiO_2)y + SO_3.$$

10 0000134

Die Umsetzung des Kochsalzes verläuft im Laboratorium quantitativ, die Umsetzung des Natriumsulfates zum grossen Teil. Es versteht sich, dass im Betrieb die Umsetzungen nicht so vollständig verlaufen können, wie im Laboratorium. Dass sie aber ablaufen, das haben Untersuchungen von Schlackenproben erwiesen, die in den letzten Wochen am Kessel entnommen worden sind. Belege sollen erst gegeben werden, wenn uns mehr Analysenmaterial vorgelegen hat.

Bezüglich der Umsetzung des Natriumsulfates muss noch gesagt werden:

Es ist schon erwähnt worden, dass das Natriumsulfat in der Kohle selbst garnicht enthalten ist, sondern sich erst bei der Verbrennung der Kohle bildet. Durch die Verbrennung der organischen Natriumverbindungen bildet sich freies Ätznatron, das die sich gleichzeitig aus organischen Schwefelverbindungen bildende schweflige Säure bindet. Bei Gegenwart von Ton ist anzunehmen, dass sich das Ätznatron sofort bei der Freisetzung an das Tonmolekül bindet und Natrium-Aluminiumsilikat daraus entsteht. Eine freie Base, die die schweflige Säure festhalten könnte, ist dann nicht vorhanden, sodass es zur Bildung von Natriumsulfat garnicht erst kommt.

Erwähnt sei noch, dass auch der Gips durch den Ton zu Kalzium-Aluminiumsilikat umgesetzt wird.

Das Wesentlichste unserer Arbeiten geben wir dem Dampfbetrieb in der folgenden

Zusammenfassung.

Abgesehen von einigen Stellen an den Rändern des Kohlenvorkommens wird das Ammendorfer und Wallendorfer Revier nur stark alkalihaltige Kohlen liefern können. In der nächsten Zukunft wird Kohle abgenommen werden müssen, deren Asche im Durchschnitt ca 20 % Na_2O enthält. Der durchschnittliche Na_2O-Gehalt wird später, wenn einmal nördlich Pritschöna gefördert werden wird, bis zu 29 % ansteigen.

Die bei der Verfeuerung entstehenden Aschen enthalten das Alkali in Form von Kochsalz und von Natriumsulfat. Kochsalz schmilzt bei 800°C und Natriumsulfat bei 884°C. Das hat zur Folge, dass die Aschenpartikelchen bei den Feuerungstemperaturen erweichen und an kälteren Stellen des Kessels dann festkleben. Dort bilden sich zähflüssige Krusten, die allmählich den Kessel verstopfen. Beim Erkalten werden diese Krusten glasig hart und lassen sich sehr schwer entfernen.

Wenn man die Salzkohle aber unter Zusatz von Ton verfeuert, dann zerstört der Ton das bei 800°C schmelzende Kochsalz. Ferner wird das bei 884°C schmelzende Natriumsulfat zerstört bezw. seine Bildung verhindert. Anstelle dieser beiden Salze entsteht Natrium-Aluminiumsilikat, das seinen Schmelzpunkt erst bei 1250-1300°C hat. Die Bildung der unangenehmen Verkrustungen hört damit auf. Es entstehen vielmehr gutartige, bröcklige Verkrustungen, die sich leicht entfernen lassen bezw. von selbst abfallen.

In Kauf genommen werden muss allerdings das Abspalten von Salzsäure und Schwefelsäure bezw. in verstärktem Masse schwefliger Säure. Diese gelangen in das Rauchgas.

Bezüglich der Menge des zuzumischenden Tones haben Laboratoriumsversuche bestätigt, dass der Dampfbetrieb in Anbetracht der wenig guten Qualität des Grubentones nicht unter 10-12 % heruntergehen kann. Würde Kaolin verwendet werden können, dann würde mit etwa der Hälfte auszukommen sein.

0000136

BAG #3044

TARGET #30/4602 — 11

CLASSIFICATION — LEUNA

(I.G. FARBEN

Ammoniakwerk Merseburg
Gesellschaft mit beschränkter Haftung
Analyt. Laboratorium Me 24a

Berichtesammlung des Versuchs-Laboratoriums
Bericht Nr. 397 100001-37

G
GASIFICATION
3041 - 30/4.02 — 11

Laboratoriumsbericht

Nr. 875 / 214 **Datum** 2.6.43 **Verfasser** Ohle

Titel Die Beeinflussung des Schmelzverhaltens von Salzkohlenasche durch Zusatz von im Betrieb anfallender granulierter Schlacke und Hydrierrückständen.

Vertraulich, stets unter Verschluß halten.

f. d. Akten
f. d. Kenntnisnahme Z. K.
z. d. Akten Gruppe
Dr. Gerb 3.K
Dr. Hüls.
Ohle
20.6.43

Expl. Nr.: 1

L 1191 2435 – 300 – 44 DinA4

110000138

3041-30/4.02 — 11

Ammoniakwerk Merseburg G.m.b.H.
Analytisches Laboratorium
Me 24a

Leuna, am 2. Juni 1943

Die Beeinflussung des Schmelzverhaltens von Salzkohlenasche durch Ersatz von im Betrieb anfallender granulierter Schlacke und Hydrierrückständen.

Zusammenfassung:

Die Schwierigkeiten bei der Verfeuerung von Salzkohle konnte durch Beimischung von Ton bezw. Kaolin behoben werden. Die chemischen Untersuchungen bewiesen die Bedeutung der Kieselsäure und die günstige Wirkung der Tonerde. In Folgenden wurde die Möglichkeit untersucht, die im Werk anfallenden, ebenfalls SiO$_2$- und stark Tonerde haltigen granulierten Schlacken und Hydrierrückstandskohlen bei der Verfeuerung der Salzkohle nutzbar zu machen.

Die Versuche ergaben:

1. Parallelversuche mit Betriebsaschen und granulierter Schlacke zeigen die günstigere Wirkung der granulierten Schlacke. Die Schmelzpunkte liegen um 100° höher und erreichen selbst unter extrem ungünstigen Bedingungen 1100-1200°.
2. Beimischung von Hydrierrückstandskohle in steigender Menge ergab, dass 30 % Rückstandskohle die frühzeitige Erweichung aufhebt und Schlacken mit Schmelzpunkten zwischen 1100-1200° anfallen.

Falls keine betrieblichen Schwierigkeiten beim Vermahlen eintreten, sind diesen Versuchsergebnissen nach sowohl durch die anfallenden granulierten Schlacken als auch durch Zusatz von Hydrierkohlerückständen die Schwierigkeiten bei der Verfeuerung von Salzkohle zu umgehen.

Verteiler:
1 Dir.Dr.Herold
2 Obering. Wälder
3 Obering. Wolf
4-6 H.B.S.
7 A.B.S.
8 Verfasser
9-10 Reserve.

Die Beeinflussung des Schmelzverhaltens von Salzkohlenasche durch Zusatz von im Betrieb anfallender granulierter Schlacke und Hydrierrückständen.

Die Schwierigkeiten bei der Verfeuerung von Salzkohle konnten durch Beimischung von Ton bezw. Kaolin behoben werden. Die abgeschlossenen Versuche über die chemischen Vorgänge und das Schmelzverhalten der Salzkohlenaschen unter diesen Bedingungen bewiesen die Bildung hochschmelzender Natriumaluminium- bezw. Kalziumaluminiumsilikate, zeigten die Bedeutung der Kieselsäure und den günstigen Einfluss der Tonerde.+)

Im Folgenden wird nun die Möglichkeit untersucht, die im Betrieb anfallenden, ebenfalls SiO_2- und stark Tonerde haltigen granulierten Schlacken und Hydrierrückstände bei der Verfeuerung der Salzkohle nutzbar zu machen.

I. Granulierte Schlacke.

Um ein eindeutiges Bild von der Wirkung der granulierten Schlacke als Zuschlag zu erhalten, wurden parallele Versuche mit normalem Betriebston durchgeführt und die Ergebnisse beider Versuchsreihen gegenüber gestellt.

Tabelle I gibt die Zusammensetzung der Versuchskohlenasche, des Tons und der granulierten Schlacke an.

Tabelle II und die Abbildungen I - IV zeigen das Schmelzverhalten der Salzkohlenasche auf Zusatz wechselnder Mengen Ton und granulierter Schlacke.
(Die Zusatzmengen sind auf Rohkohle berechnet, die Schmelzkurven wurden nach Bunte-Baum-Heeringk ausgeführt).

+) Laborbericht Nr. 846/205 v. 17.12.42.

Tabelle I.

	Versuchskohle Nr. 42	Ton	Granulierte Schlacke
	%	%	%
SiO_2	2,0	63,1	35,9
Al_2O_3	1,0	25,2	27,3
Fe_2O_3	2,2	3,4	1,6
CaO	17,4	0,7	32,0
MgO	2,9	0,3	1,6
SO_3	44,5	0,4	1,5
Alkalien	22,6	2,2	2,1
Cl	8,5	-	-
CO_2	0,4	-	0,5

Tabelle II.

Versuchskohle Nr. 42 ohne Kalkzusatz	Erweichungspunkt 550° Ton	Erweichungspunkt 550° granul. Schlacke	Schmelzpunkt 650° Ton	Schmelzpunkt 650° granul. Schlacke
%				
1,5	585°	540°	1050°	1150°
3,0	550°	535°	1030°	1125°
4,5	545°	550°	1020°	1120°
6,0	580°	525°	1125°	1100°
7,5	940°	1015°	1015°	1195°
9,0	965°	1045°	1035°	1155°
10,5	965°	1090°	1040°	1165°
12,0	950°	1100°	1035°	1190°

Die sehr schlechtige, Kieselsäure und Tonerde ohne Versuchskohle von Nummer 1042 benötigt die früheren Arbeiten über das Schmelzverhalten solcher Kalkkohlenaschen in Abhängigkeit von der Aschenzusammensetzung*), der Schmelzpunkt liegt bei 635° und bei 670° ist bereits der ganze Schmelzprozess beendet. (Abbildung 1). Durch Zusatz von 1,5 % Ton steigt der Schmelzpunkt auf 1050° an und bleibt bei weiterem Tonzusatz praktisch konstant. Um die letzte, nur noch sehr schwache frühzeitige Erweichung in diesem extrem ungünstigen Fall aufzuheben, ist ein Zusatz von etwa 7,5 % Ton notwendig. (Gegenüber 3-4 % früherer Versuchsbefunde unter günstigeren Bedingungen).

-3-

*) Laborbericht Nr. 846/205 v.17.12.42.

Die entsprechenden Versuche mit granulierter Schlacke zeigen ein wesentlich günstigeres Bild. Um die restliche Zweiteilung vollständig auszuschalten, sind allerdings die dem Tonerdegehalt entsprechenden Zuschläge notwendig, aber die Schmelzpunkte liegen um 100° höher und erreichen selbst unter diesen ungünstigeren Bedingungen den vom Betrieb angestrebten Temperaturbereich zwischen 1200-1250°.

Die in den Kalkgeneratoren anfallende granulierte Schlacke unterscheidet sich von Ton und Kaolin durch ihren hohen Kalkgehalt. Der der Kalkasche zugesetzte Kalk liegt in der Schlacke nicht mehr als freier Kalk, sondern in gebundener Form vor. (Tabelle III).

Außerdem zeigt die Löslichkeit in Salzsäure (Tabelle III) und das Röntgenbild+) daß es sich um chemisch verschiedenes Material handelt. Während granulierte Schlacke durch Salzsäure zersetzt wird und das Röntgenbild ein amorphes Verhalten zeigt, ist Kaolin fast unlöslich in Salzsäure und zeigt ein charakteristisches Röntgenbild; Ton liefert ebenfalls ein charakteristisches Röntgendiagramm und etwa 40 % salzsäurelösliche Tonerde.

Tabelle III.

	Granulierte Schlacke. %	Kaolin %	Ton %
Al_2O_3 Gesamt	27,3	39,4	25,2
Al_2O_3 HCl-löslich	23,55	0,55	10,4
CaO frei n. Prumm	0,2	-	-

Wie die in Tabelle IV angegebenen Analysenwerten zeigen, handelt es sich auch bei der Verschlackung mit granulierter Schlacke um die in früheren Arbeiten beschriebene Mullitumwandlung- bezw. Kalktonerdesilikatbildung.++) Der um 100° höhere Schmelzpunkt der Schlacken gegenüber den entsprechenden Tonschlacken (Tabelle II), erklärt sich aus ihrem wesentlich höheren Gehalt an Kalktonerdesilikaten.

+) Ausgeführt von Dr. Otte, Nr 201.

++) Laborberichte 783/132 v. 17.11.41 und 846/265 v. 17.12.42.

Tabelle IV.

Zuschlag	Cl %	SO_3 ges. %	SO_3-Na_2O-Lösl. %	CaO ges. %	CaO frei n.Franck %	Na_2O ges. %	Na_2O H_2O-lösl. %
1100°							
6,99 %	2,27	29,9	18,15	27,2	0,3	11,3	10,4
13,98 %	0,92	13,18	10,7	29,2	0,2	8,9	4,9
20,82 %	0,14		6,1	31,4	0,3	7,2	2,2
1200°							
6,99 %	0,9	21,1	20,2	29,1	0,7	12,4	10,2
13,98 %	0,3	12,0	10,0	34,2	0,5	7,2	3,2
20,82 %	0,2	8,9	4,6	32,9	0,5	7,2	1,7

III. Hydrierölaktivmaterialien.

Ferner wurde die Wirkung der in den Hydrierolen enthaltenen, durch den Hydrierprozeß stark Eisen und Tonerde haltigen, Öltonerdeschlamme untersucht.

Tabelle V zeigt die Zusammensetzung der Rückstandskohlenasche und Tabelle VI und Abbildungen 2a - 2d die Beeinflussung des Kohlenhydrierölgutes beim Zusatz von 10 - 50 % der Salzkohle. (Die Mischorte sind auf Trockenkohle Aschekomponenten bezogen).

Tabelle V.

Analysenzahlen Hydrierölaktivmaterialien:

23,5 % H_2O

50,55 % Asche (500°)

Analyse der Asche bei 500°

SiO_2	23,5 %
Al_2O_3	16,2 %
Fe_2O_3	18,0 %
CaO	21,0 %
MgO	4,2 %
SO_3	21,1 %
Alkalien	4,7 %
CO_2	1,3 %

110000143

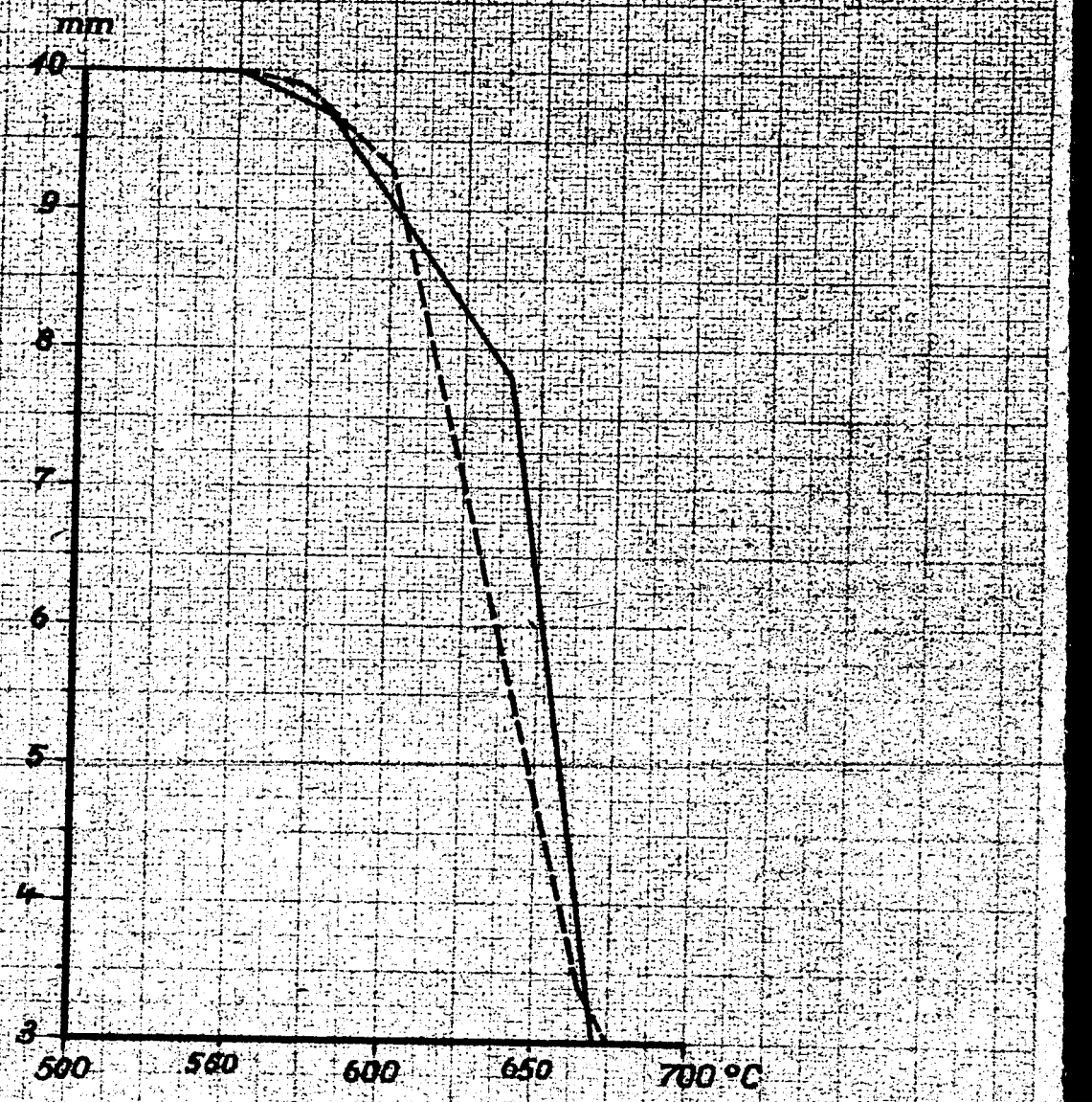
Tabelle VI.

Mischung Versuchskohle	Mischung Hy- Rückstds.-kohle	Erweichungspunkt	Schmelzpunkt
100 %	-	550°	635°
-	100 %	915°	1140°
90 %	10 %	550°	1115°
80 %	20 %	625°	1155°
70 %	30 %	965°	1160°
60 %	40 %	950°	1175°
50 %	50 %	1000°	1180°

Den Versuchsergebnissen nach lassen sich die Schwierigkeiten bei der Verfeuerung von Saarkohle durch Zusatz von 20-30 % Hydrierrückstandskohle beheben. Die sich bildenden Schlacken zeigen ein etwa den Rückstandskohle selbst entsprechendes Schmelzdiagramm, die anfallende Schlackenmenge wurde allerdings durch den Aschengehalt von 50 % gegenüber 5-6 % der Saarkohle ungünstig verschoben werden.

4 Durchschl.

Asche 500° Versuchskohle v. Dezember 1942



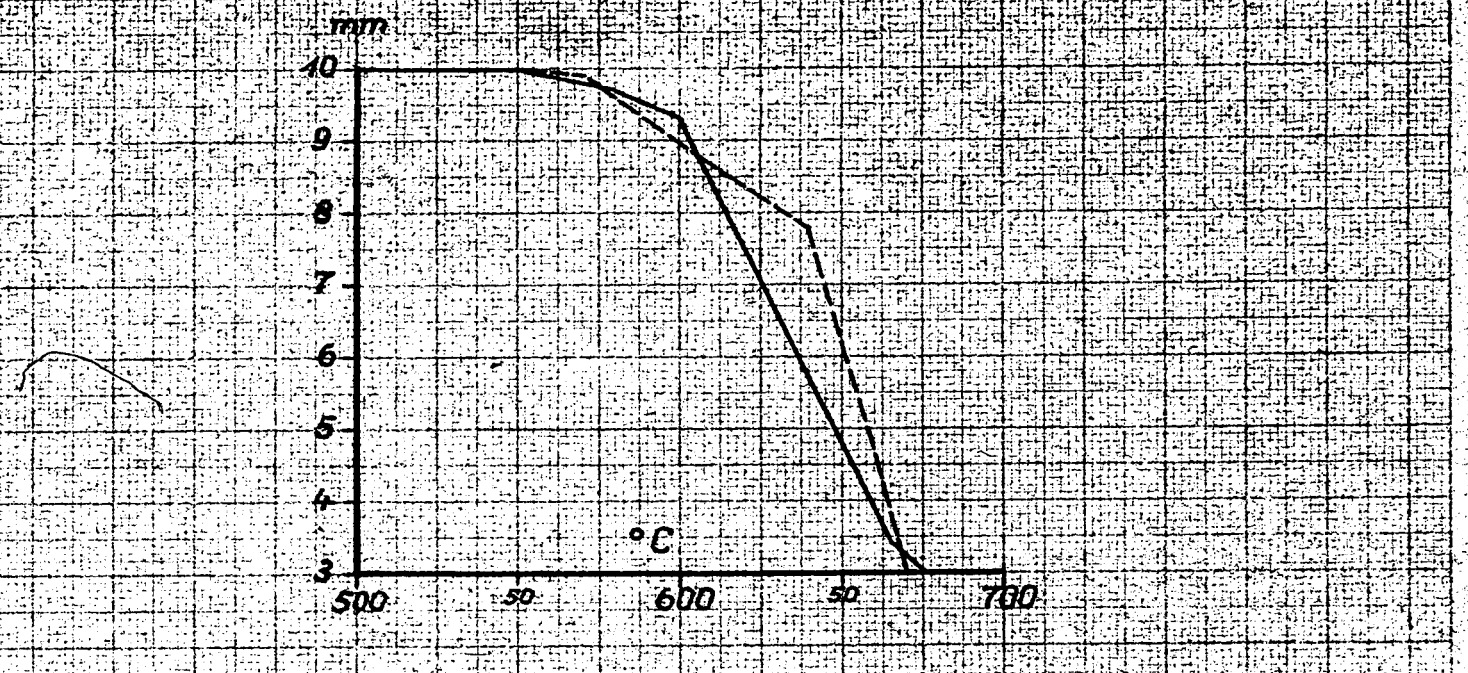
Ammoniakwerk Merseburg
Gesellschaft mit beschränkter Haftung
Leuna-Werke (Kreis Merseburg)

Blatt 1

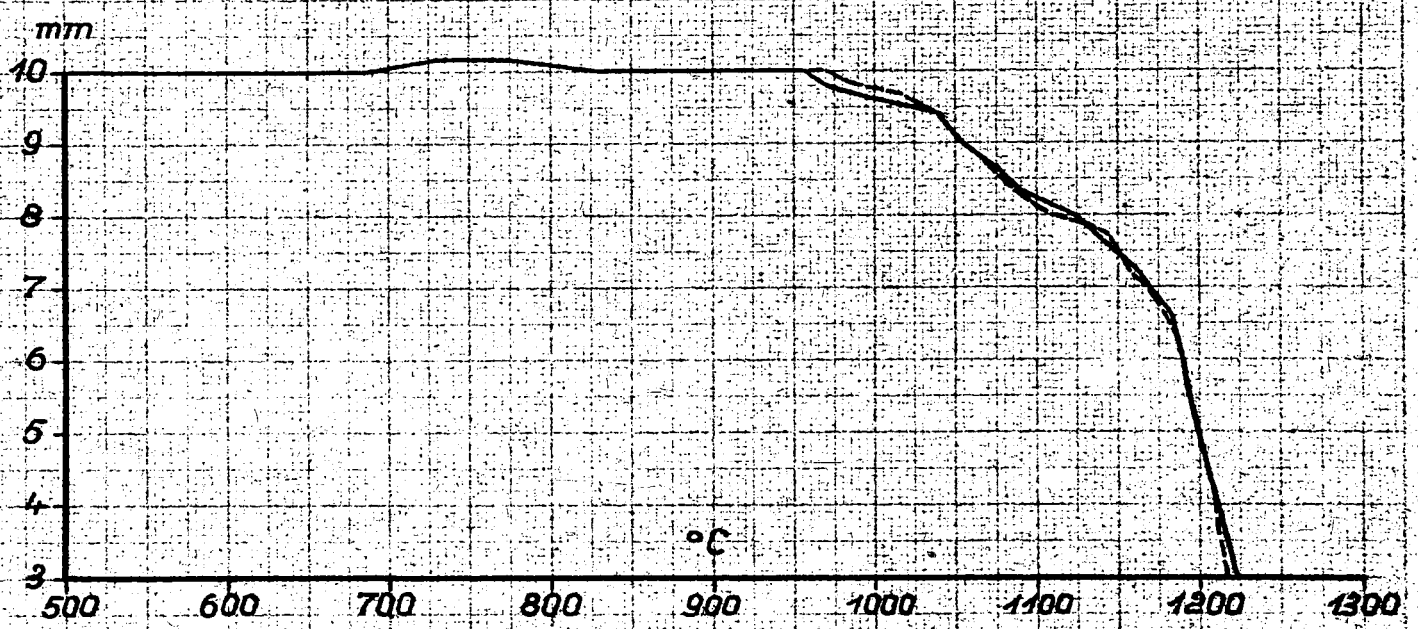
DIN A4 (210x297 mm)

1000015

Asche 500° Versuchskohle Dezember 1942



Asche 500° v. Hy. Rückstandskohle von 30. März 1943



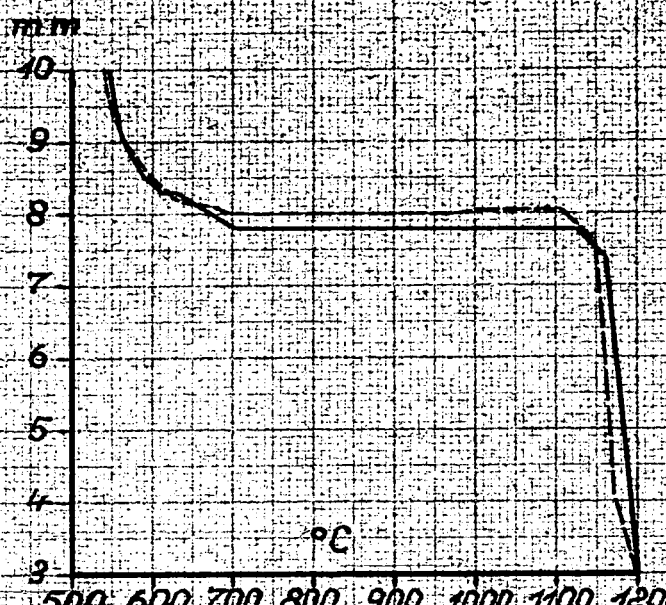
Ammoniakwerk Merseburg

Blatt 1a

$\gamma = 6{,}00 \cdot 10^{-3}$

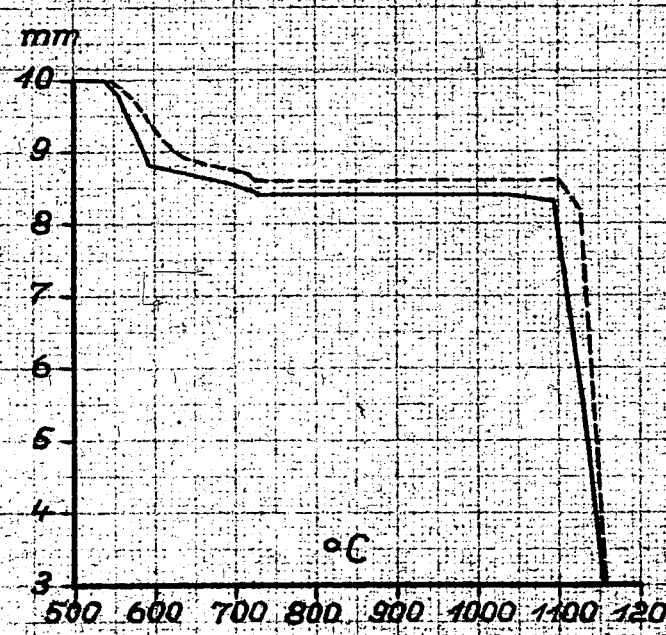
Versuchskohle v. Dezember 1942 m.E.

1,5 % Granulierte Schlacke

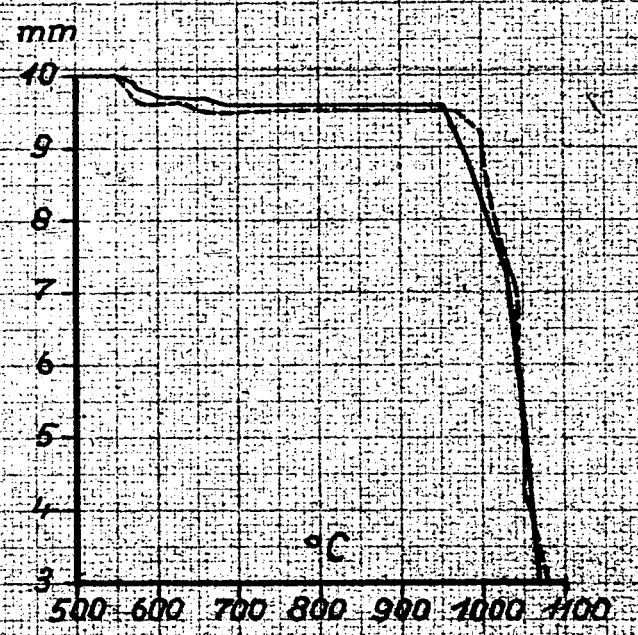


1,5 % Ton

3,0 % Granulierte Schlacke



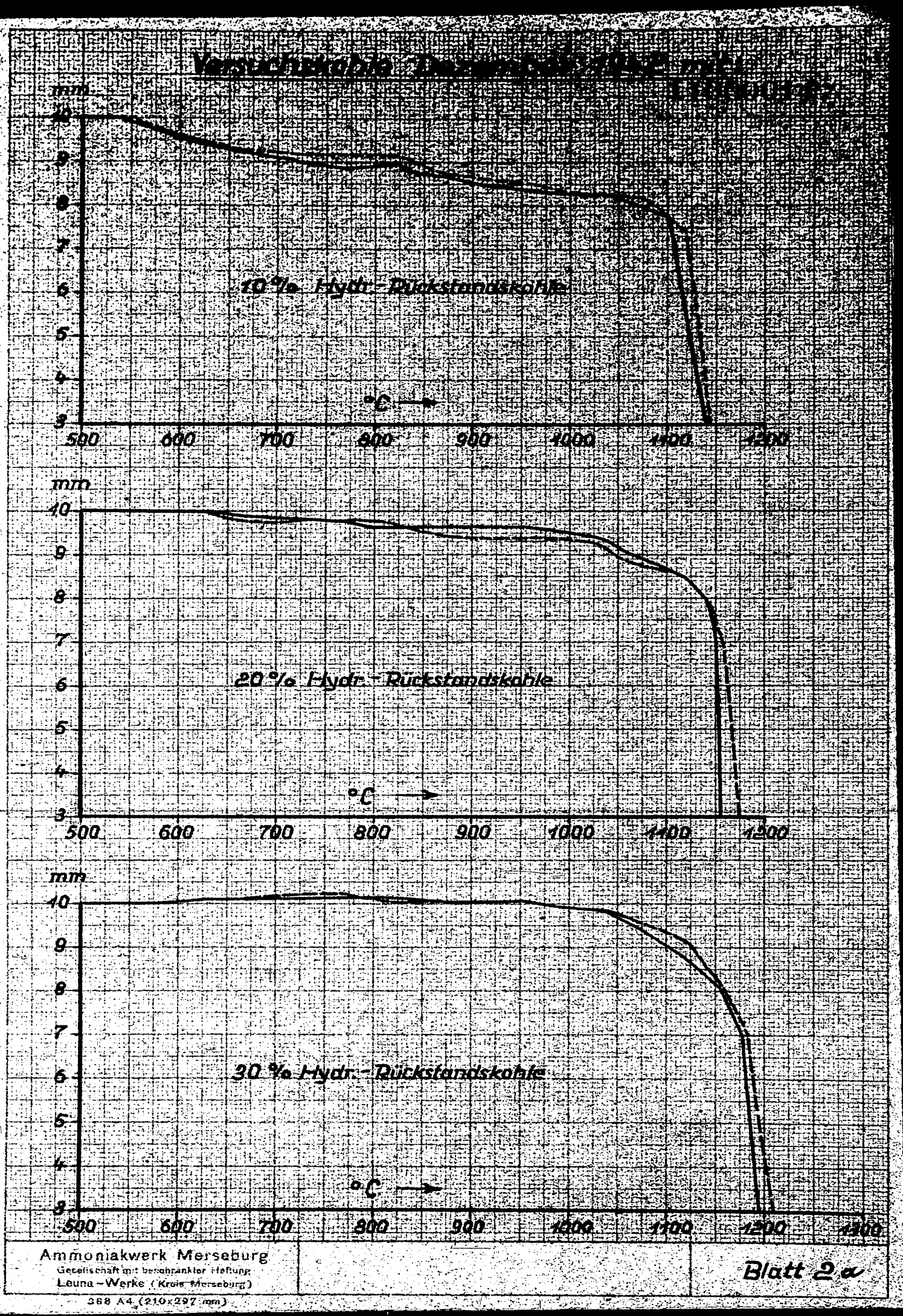
3,0 % Ton



Ammoniakwerk Merseburg
Gesellschaft mit beschränkter Haftung
Leuna-Werke (Kreis Merseburg)

Blatt 2

169-A4 (210x297 mm)



Ammoniakwerk Merseburg
Gesellschaft mit beschränkter Haftung
Leuna-Werke (Kreis Merseburg)

Blatt 2a

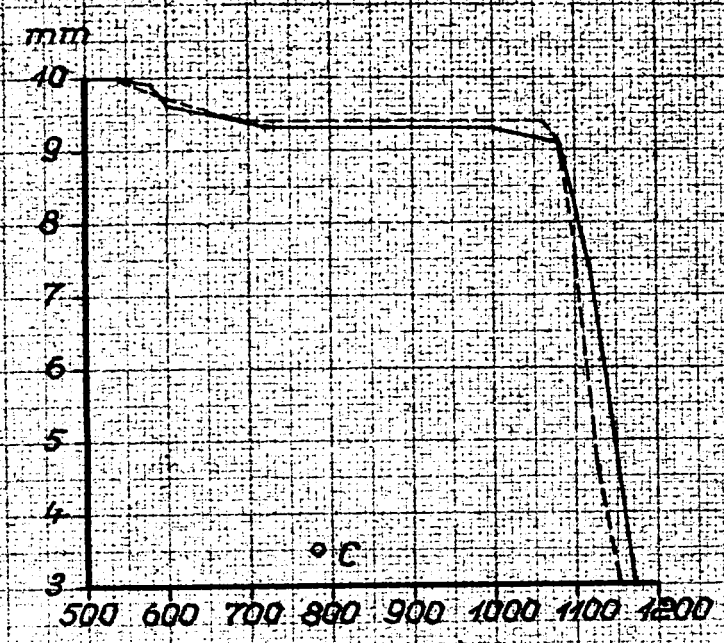
368 A4 (210x297 mm)

1100078

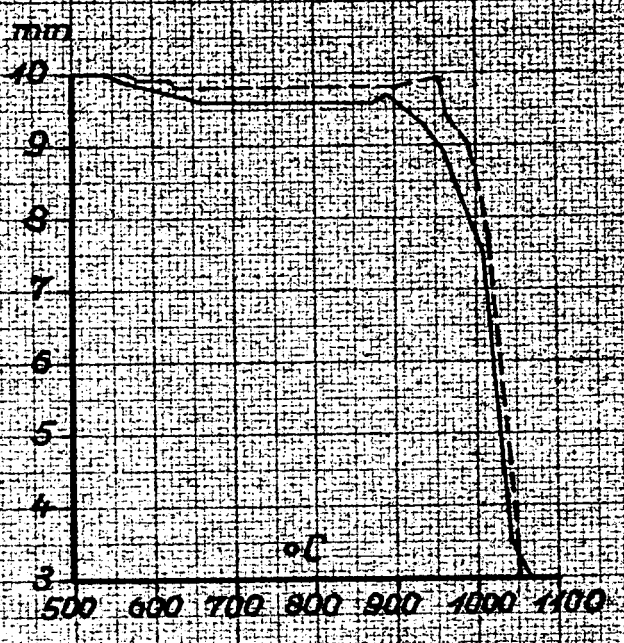
Versuchskohle v. Dezember 1942

mit:

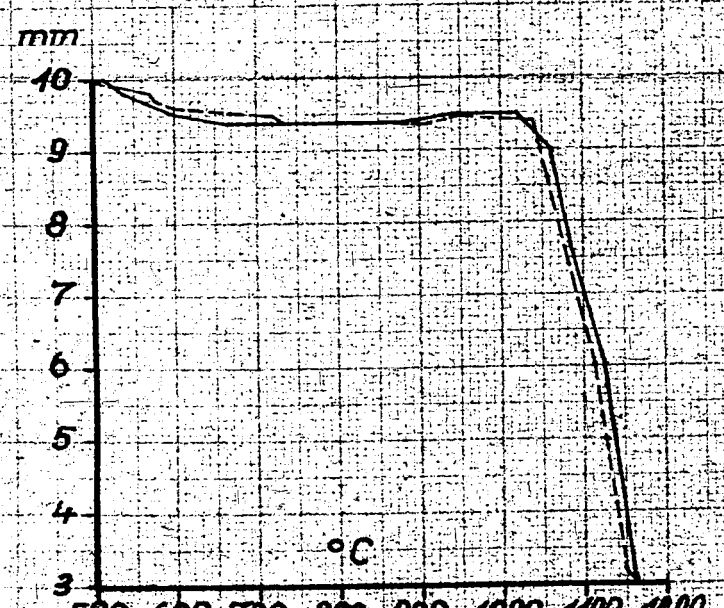
4,5 % Granulierte Schlacke



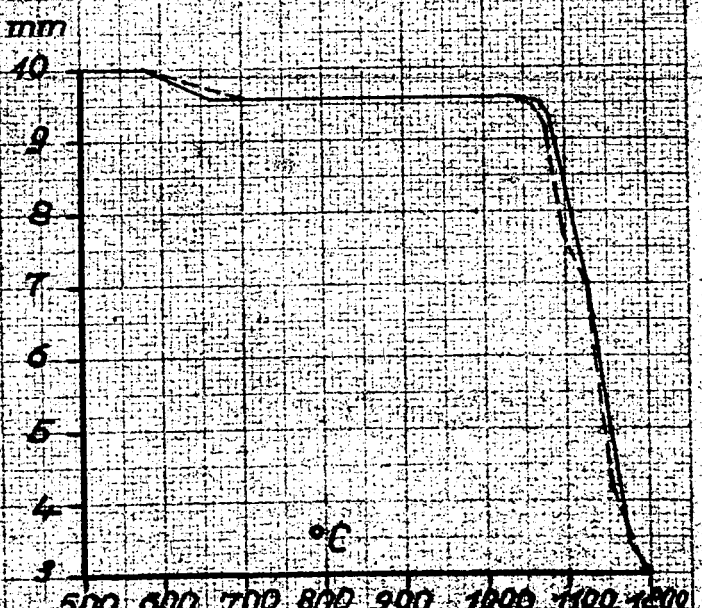
4,5 % Ton



6,0 % Granulierte Schlacke



6,0 % Ton

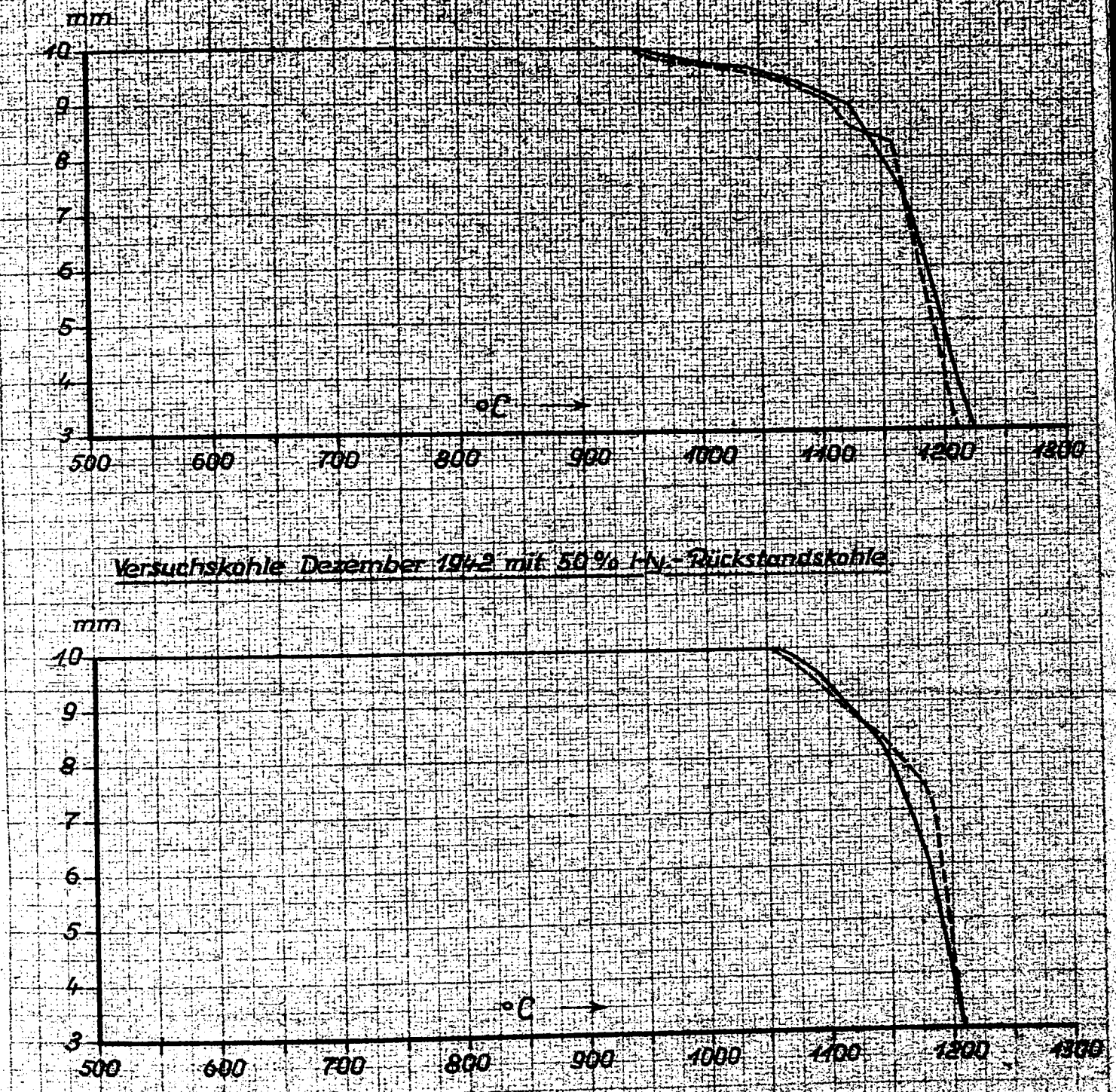


Antimonalkwerk Merseburg
Gesellschaft mit beschränkter Haftung
Leuna-Werke (Kreis Merseburg)

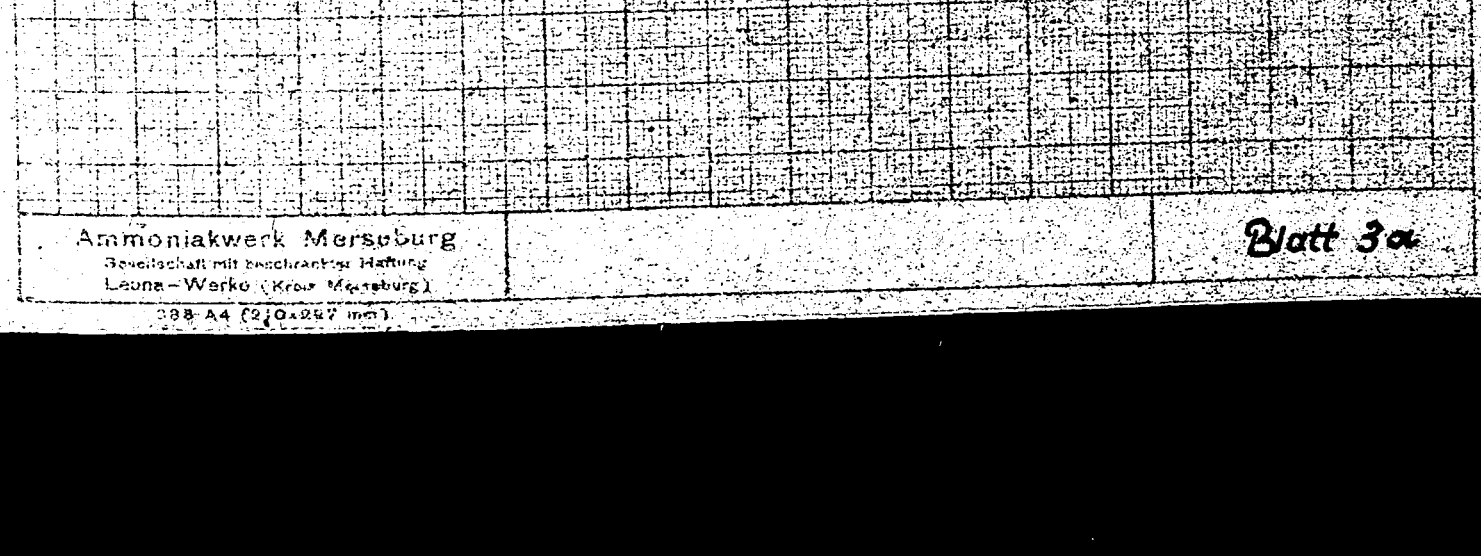
Blatt 3

228 A4 (210 297 mm)

Versuchskohle Dezember 1942 mit 50 % Hy.-Rückstandskohle



Versuchskohle Dezember 1942 mit 50 % Hy.-Rückstandskohle



Ammoniakwerk Merseburg
Gesellschaft mit beschränkter Haftung
Leuna-Werke (Kreis Merseburg)

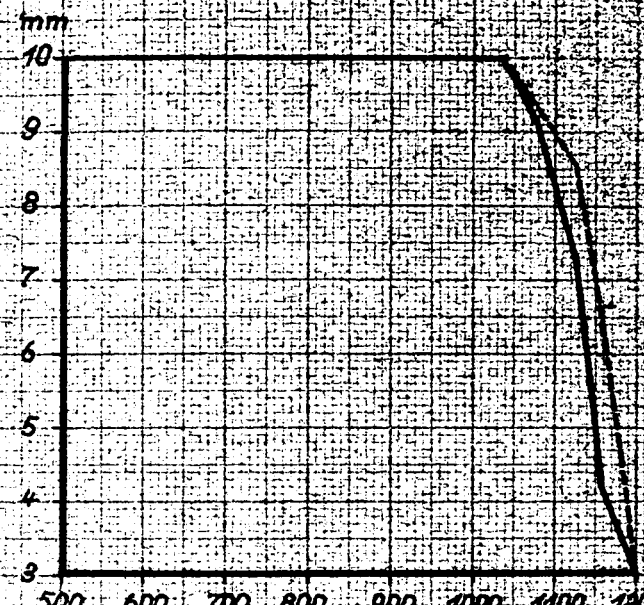
388 A4 (210×297 mm)

Blatt 3a

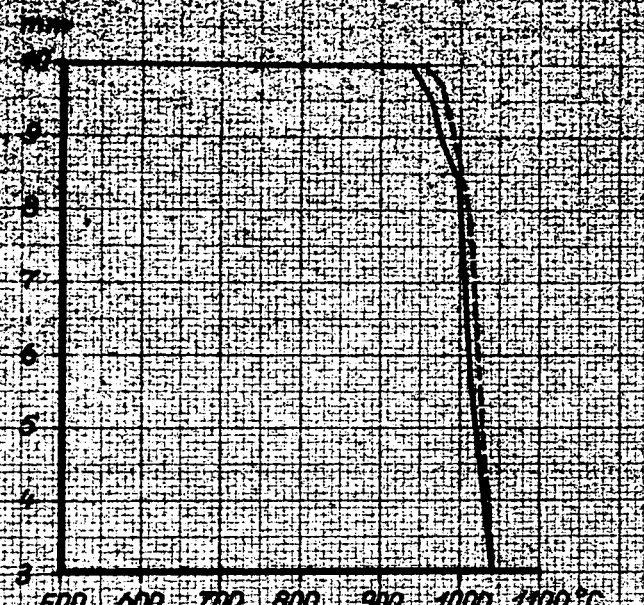
4100001-50

Versuchsbälle vom Dezember 1942 mit:

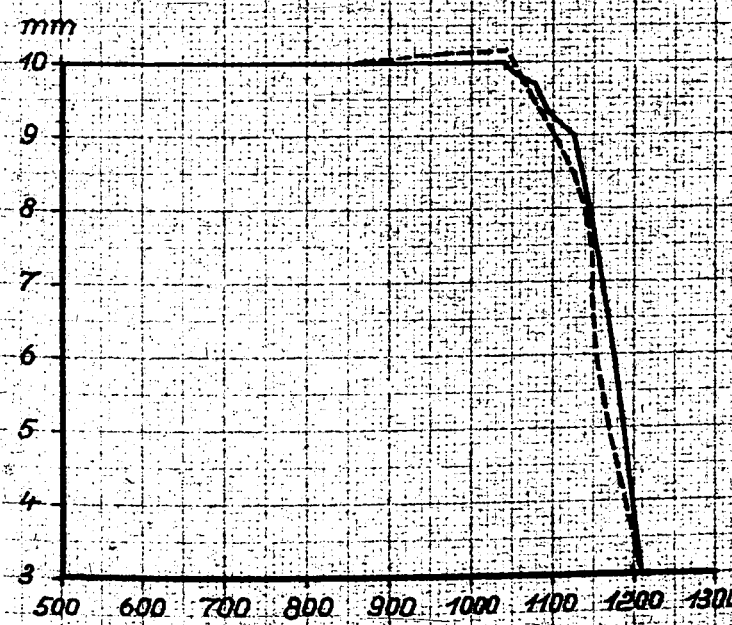
7,5 % Granulierte Schlacke



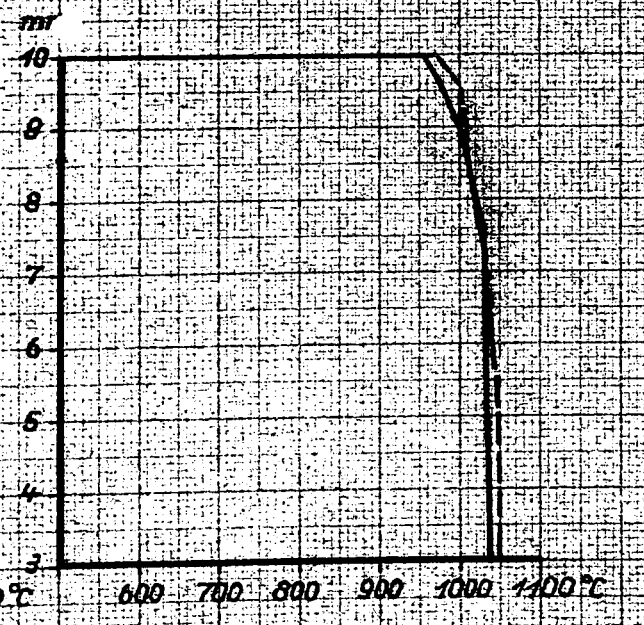
7,5 % Ton



9,0 % Granulierte Schlacke



9,0 % Ton



Ammoniakwerk Merseburg
Gesellschaft mit beschränkter Haftung
Leuna-Werke (Kreis Merseburg)

Blatt 4

888 A4 (210×297 mm)

BAG 3041
TARGET 30/4.02—12
GASIFICATION—LEUNA
(I.G. FARBEN

120000152

GASIFICATION

3041 — 30/4.02 — 12

Ammoniakwerk Merseburg
Gesellschaft mit beschränkter Haftung
Analyt. Laboratorium Me 24a

Berichtesammlung des Versuchs-Laboratoriums
Bericht Nr. 410

Laboratoriumsbericht

Nr. 881 / 218 Datum 27.8.1943 Verfasser Ohle

Titel Die Veraschung salzreicher Braunkohle mit gemischten Zuschlägen aus Kaolin und Kalziumkarbonat.

Vertraulich, stets unter Verschluß halten.

Jawr 1 Ausfertigung
1 Kreisamt 2 Vh.
3 ..K
Jawr
11.9.43

Expl. Nr.: 1

L 1191 2435 – 300 – 441 Din A4

3041 - 30/4.02 - 12

Ammoniakwerk Merseburg G.m.b.H.
Analytisches Laboratorium
Me 24a

Leuna, am 27. August 1943

120000153

Die Veraschung salzreicher Braunkohle mit gemischten Zuschlägen aus Kaolin und Kalziumkarbonat.

Zusammenfassung

Die im Laborbericht 859/213 vom 8.3.43 mitgeteilten Versuchsergebnisse bewiesen die theoretisch günstigsten Bedingungen für die Verfeuerung von Salzkohle durch einen gemischten Zuschlag aus Kaolin und Kalziumkarbonat.
Die aus patentrechtlichen Gründen ausgeführten Versuche zur Ermittlung des günstigsten Mischungsverhältnisses von Kaolin und Kalk führten zu folgenden Ergebnis: Den Laborversuchen nach ermöglicht sich die Verfeuerung von Salzkohle durch Zuschlag von 10 %+) einer Mischung gleicher Teile Kaolin und Kalziumkarbonat bezw. Ton und Kalkstein.
Die frühzeitige Erweichung ist aufgehoben, die Schmelzpunkte liegen über 1100° und die schädliche Anreicherung von SO_3 bezw. SO_2 in den Abgasen ist auf das unter günstigsten Bedingungen erreichbare Minimum herabgedrückt. Weniger Kalk bedeutet einen schnellen Anstieg des SO_3 Gehaltes in den Abgasen, mehr Kalk keinen Vorteil sondern nur unnötigen Schlackenballast.

+) berechnet auf grubenfeuchte Kohle.

Verteiler:

1 Dir. Dr. Herold
2 OI. Walder
3 OI. Wolf
4 Dr. Sabel
5-7 H.B.S.
8 A.B.S.
9 Verfasser
10 Reserve

Die Veraschung salzreicher Braunkohle mit gemischten Zuschlägen aus Kaolin und Kalziumkarbonat.

Die Schwierigkeiten bei der Verfeuerung von Salzkohle konnten durch Beimischung von Kaolin bezw. Ton behoben werden. Die frühzeitige Erweichung wird aufgehoben, und die Schmelzpunkte der Schlacken steigen unter Natriumaluminium bezw. Kalziumaluminiumsilikatbildung auf die günstigen Temperaturen von 1100-1200°, geht ca. 80% des Gesamtschwefels in die Abgase.
Um bei der immer ansteigenden Notwendigkeit einer Verfeuerung von Salzkohle die SO_3 bezw. SO_2 Gehalte der Abgase möglichst herunterzudrücken, wurden Versuche mit alkalischen Zuschlägen und Gemischten Zuschlägen aus Kaolin und Kalziumkarbonat ausgeführt. +)

Alkalische Zuschläge allein, $CaCO_3$, Trockenkalk und Karbidschlamm, verhinderten wohl eine weitgehende Abschaltung von SO_3 bezw. SO_2, aber die frühzeitige Erweichung wird nicht aufgehoben. Versuche mit gemischten Zuschlägen aus Kaolin und Kalziumkarbonat führten zu wesentlich günstigeren Ergebnissen, die frühzeitige Erweichung wird aufgehoben und die schädliche Anreicherung von SO_3 bezw. SO_2 weitgehend verhindert. Im Folgenden wurde das günstigste Mischungsverhältnis von Kaolin und Kalziumkarbonat ermittelt.

Tab. I zeigt die Zusammensetzung der Versuchskohlenasche und des Kaolins, Tab. II und Abb. I die SO_3-Verluste bei steigendem Zusatz von Kalk bei einer Verschlackungstemperatur von 1150-1200°.

Bei einem Zuschlag von 5% Kaolin zur grubenfeuchten Kohle bestätigen sich die schon bei früheren Arbeiten gefundenen starken Verluste von ca. 80% des Gesamtkohleschwefels (Laborbericht 783/182). Bei einem zusätzlichen Zuschlag von 1% $CaCO_3$ geht dieser SO_3-Verlust auf 60%, bei 2% $CaCO_3$ auf 45%, bei 3% auf 30% bei 4% auf 17%, bei 5% auf 14% zurück. (Tab. II Abb. I). Eine weitere Steigerung des Kalkzuschlages hat keinen merklich günstigeren Einfluß und bedeutet nur einen zusätzlichen Ballast der anfallenden Schlacke, 10% Verlust des Gesamtkohleschwefels läßt sich selbst bei 7,5% $CaCO_3$-Zuschlag nicht unterschreiten.

+) Laborbericht 853/213

120000155

Für die Praxis ergibt sich aus diesen Laborversuchen, daß 10% +) eines gemischten Zuschlages aus Kaolin und Kalziumkarbonat bezw. Ton und Kalkstein im Verhältnis 1:1 die Schwierigkeiten bei der Verfeuerung von Salzkohle beheben, die Schlacken zeigen Schmelzpunkte von über 1100° (Abb. II und III) und der SO_3-Gehalt der Abgase ist auf das erreichbare Minimum herabgedrückt.

Ein Verlust von Salzsäure wird unter diesen Bedingungen nicht verhindert, (Tab. I und Laborbericht 859/213) und deren Anreicherung in den Abgasen läßt sich auf diese Weise nicht vermeiden.

+) berechnet auf grubenfeuchte Kohle

Tabelle I

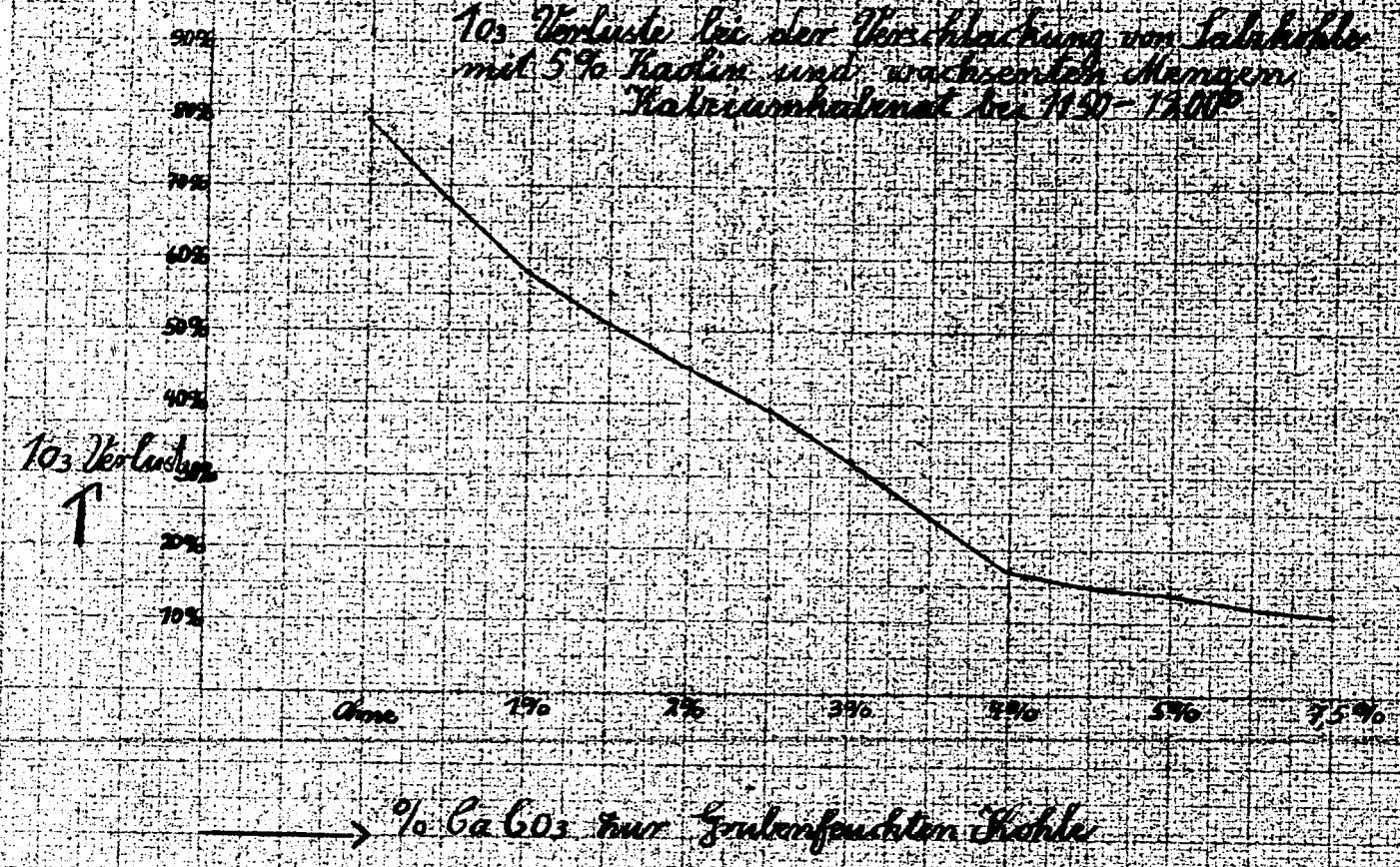
	Versuchs-Kohle %	Kaolin %
SiO_2	8.7	48.9
Fe_2O_3	2.6	2.4
Al_2O_3	5.2	35.5
CaO	17.0	0.1
MgO	2.7	0.2
SO_3	37.3	0.6
Alk.	19.6	1.9
Cl	7.7	-
CO_2	0.5	-
Glühv.	-	11.1 (Kristallwasser)

Tabelle II

	Mischung: Kohle (lufttrocken) g	Kaolin g	$CaCO_3$ g	SO_3 in der Schlacke Gef. %	Voll. %	SO_3-Verlust auf Gesamt-Vollwert berechnet %	Chlorgehalt der Schlacke
1.	50.0	5.0	-	6.4	30.0	79.0	Spuren
2.	50.0	5.0	1.0	12.1	28.0	57.0	Spuren
3.	50.0	5.0	2.0	13.0	24.0	46.0	Spuren
4.	50.0	5.0	3.0	15.8	23.0	32.0	Spuren
5.	50.0	5.0	4.0	17.5	21.0	17.0	Spuren
6.	50.0	5.0	5.0	17.0	20.0	14.0	Spuren
7.	50.0	5.0	7.5	16.0	18.0	11.0	Spuren

12000157

SO_3 Verluste bei einer Verschlackung von Salzkohle mit 5% Kaolin und wechselndem Mengen-Natriumhydroxyd bei 1150–1200°



% $CaCO_3$ auf Grubenfeuchten Kohle

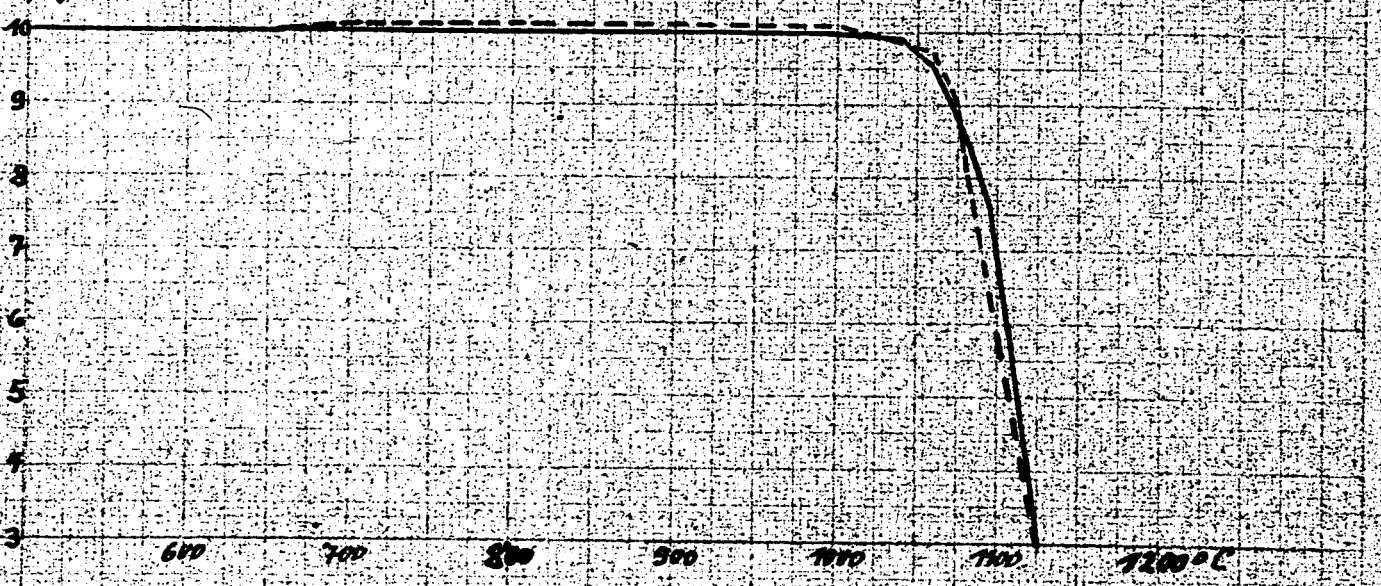
Ammoniakwerk Merseburg
Gesellschaft mit beschränkter Haftung
Leuna-Werke (Kreis Merseburg)

120000158

Asche 500° von Versuchskohle

Versuchskohle mit 5% Kaolin u. 5% C a CO_3

Versuchskohle mit 5% Ton u. 5% Kalkstein

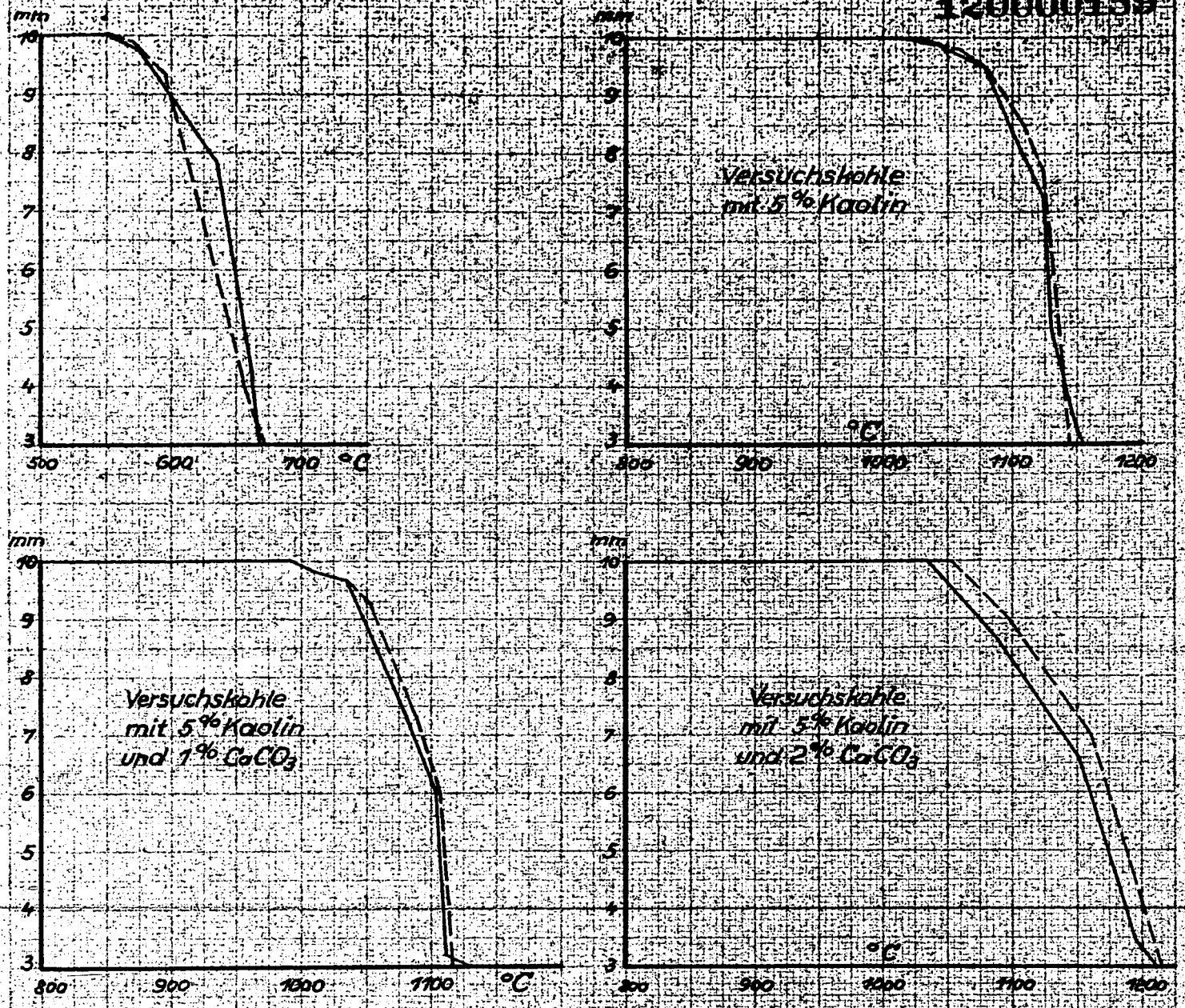


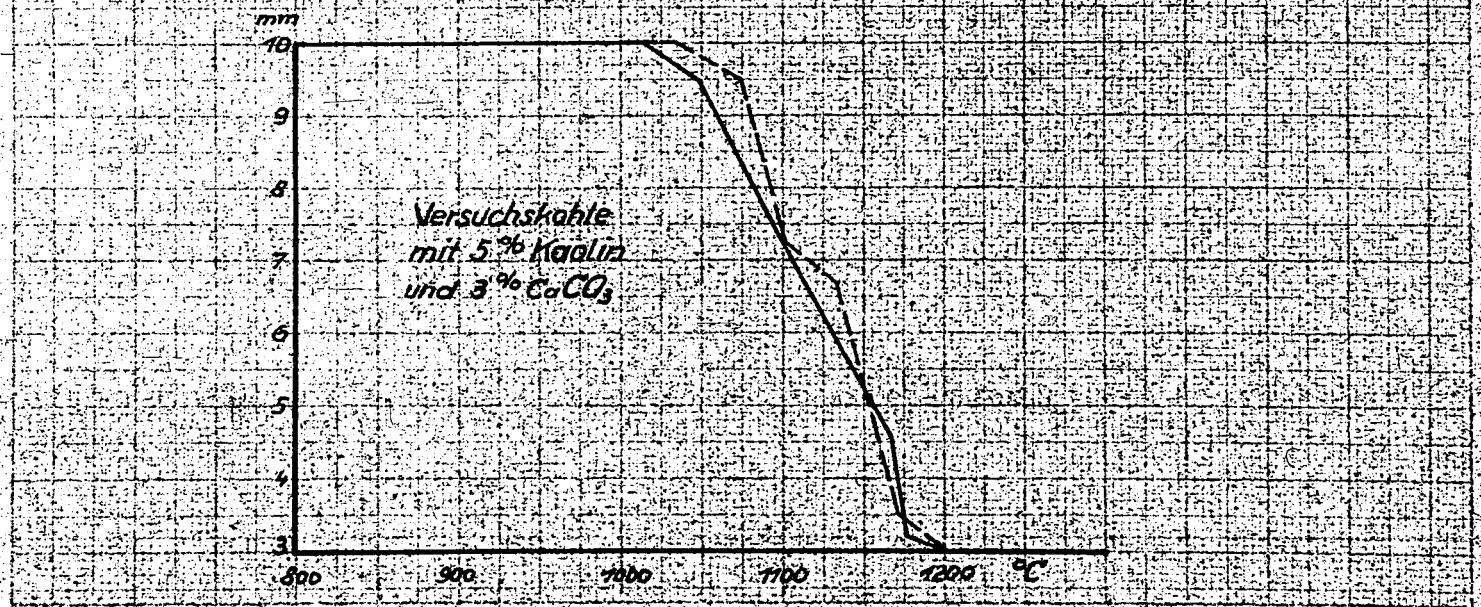
Ammoniakwerk Merseburg

Abbildung 6

Asche 500° Versuchskohle vom Dezember 1942

120000±59





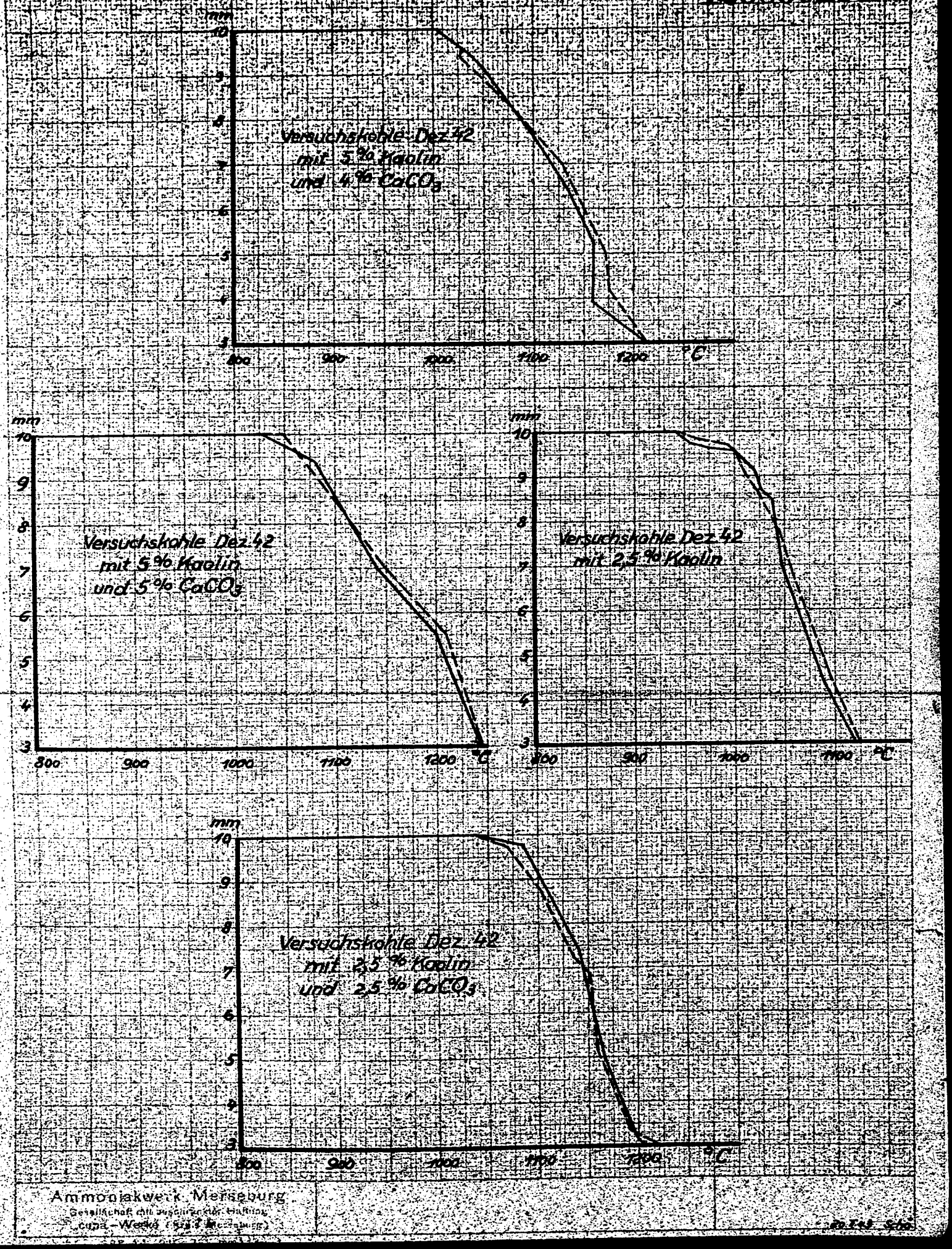
Ammoniakwerk Merseburg

Coalgas Werke (Krauss Maffei)

and Ag. [illegible]

Abbildung 7

1200066160



Ammoniakwerk Merseburg
Gesellschaft mit beschränkter Haftung
Leuna-Werke (Süd) Merseburg

1-0000161

BAG 30411

TARGET 30/4.02—13

GASIFICATION—LEUNA

I.G. FARBEN

130000162

Ammoniakwerk Merseburg
Gesellschaft mit beschränkter Haftung
Haupt-Berichte-Sammlung
Referate-Büro

Vertraulich!

3041 – GASIFICATION 30/4.02 – 13

Bericht Nr.: 726 / II

Datum: 3.Dezember 1940

Betrieb: Materialprüfung Me

Überschrift: Die Verwertungsmöglichkeit der granulierten Abstichschlacke aus den Abstichgeneratoren Me 240.

Verfasser: Dipl.-Ing.van Thiel

Exemplar 1

Zurück an Referate-Büro Me 24

3569 – 500 – 389 Din A4

AMMONIAKWERK MERSEBURG 130000163

Gesellschaft mit beschränkter Haftung
Materialprüfungsbetrieb Me 175

Ausfertigung Nr. 11 — 3041-30/402-13 — Leuna Werke, den 3. Dezember 1940 Bg

Auftrag Nr. V.2612 (39)

An 1. Akten (Ausf. Nr.) 1 — 1 fach
2. Herrn Dir. Dr. Schneider — 2 — 1
3. Herrn Dir. Dr. Strombeck — 3 — 1
4. Gasfabrik, Herrn Dr. Schroeter (Ausf. Nr.) 4 — 1 „
5. Bautechnische Abteilung — 5- 6 (Ausf. Nr.) — 2 „
6. Siedlungsverwaltung — 7 — 1 „
7. AWP. Herrn Dr. Richter — 8 — 1
8. Referate - Büro — 9-11 — 3

Wy/Th/Lb.

Betrifft Ihre Bestellung vom:

Ammoniakwerk Merseburg G.m.b.H.
Haupt-Berichte-Sammlung
Referate-Büro
Me Tg. 726 / 5.

Untersuchung

über

die Verwertungsmöglichkeit der granulierten Abstichschlacke aus den Abstichgeneratoren Me 24o.

1. Teil.

A. Grundsätzliches über die Schlackenverwertung.

In Me 24o fallen etwa 15o tato granulierte Abstichschlacke an, welche mit geringer Ausnahme auf die Halde gefahren werden. Sie bilden somit eine nicht unerhebliche Belastung des Betriebes und der Halde. Verschiedentlich wurde schon versucht, die Schlacke zu verwerten. Zeitweilig konnten auch geringe Mengen abgesetzt werden; eine befriedigende Lösung der Verwertungsfrage wurde bisher nicht gefunden. Als Voraussetzung für die Verwertung müssen folgende Grundforderungen erfüllt sein:

1.) Die Verwertung darf mit keinen störenden Eingriffen in den Betriebsablauf verbunden sein.

2.) Die Verwertungsmöglichkeit muß die Aussicht einer quantitativen Verwertung in sich schließen.

3.) Die Verwertungsmöglichkeit muß wirtschaftlich durchführbar sein.

Während für die Verwertung der Braunkohlenaschen des Werkes diese Forderungen kaum erfüllt werden können, eröffnen sich für die Verwertung der granulierten Abstichschlacke aus Me 24o, wie nachstehende Versuchsergebnisse zeigen werden, aussichtreiche Wege.

Die Schlacke ist sehr gleichmäßig gekörnt und enthält in ihrer chemischen Zusammensetzung im Mittel

35 - 39 % SiO_2 (fast völlig in löslicher Form).
25 - 3o % Al_2O_3
22 - 3o % CaO
2 - 6 % Fe O
1 - 2 % Fe_2O_3
2 - 3 % Alkalium .

130000164

Für die Eignung einer granulierten Schlacke zur Herstellung eines den Normen entsprechenden Hochofenzementes oder Eisenportlandzementes wird die Einhaltung nachfolgenden Moduls gefordert:

$$\frac{CaO + MgO + 1/3\ Al_2O_3}{SiO_2 + 2/3\ Al_2O_3} \geq 1{,}0$$

Da dieser Modul für die Abstichschlacke von Me 24o im höchsten Falle 0,7 beträgt, kommt diese Schlacke für eine Verwertung im Rahmen der genormten Zemente von vorherein nicht in Frage.

In der Tatsache jedoch, daß die Kieselsäure der Abstichschlacke fast ausschließlich in löslicher Form vorliegt, ist eine besondere Wertigkeit der Schlacke zu erblicken, wenn sie in einer zweckmäßigen Technik zu einem Bindemittel für die Bauindustrie verarbeitet wird.

Zu entsprechenden Versuchen gaben eine Reihe von Patenten über die Verwertung von Hochofenschlacken und ähnlichen silikatischen Stoffen zu Zementen durch Vermahlen mit Kalk Veranlassung. Aus diesen inzwischen verfallenen Patenten von Nickel D.R.P. 391486 v. 7.3.1924, 4o7o39 v. 3.12.2 41o324 v. 3.3.1925, 414423 v. 29.5.1925 und 42o85e v. 2.11.1925 geht hervor, daß sich lediglich durch einfaches, trockenes Vermahlen solcher Schlacken mit gebranntem ungelöschten Kalk ein zementähnliches hochhydraulisches Bindemittel herstellen läßt.

B. Vermahlungsversuche mit ungelöschtem Branntkalk.

In Anlehnung an diese Patente, denen bisher niemand Beachtung geschenkt hat, wurde versucht zunächst ebenfalls durch Vermahlen der Abstichschlacke mit ungelöschtem Branntkalk in der Kugelmühle ein hydraulisches Bindemittel herzustellen.

Der verwendete Branntkalk hatte folgende Zusammensetzung:

5 % SiO_2
1 % Al_2O_3
74 % CaO
12 % MgO .

Es ist demnach ein Kalk von hoher Reinheit und dolomitischem Einschlag.

In den obigen Patenten ist angegeben, daß sich die Höhe des Kalkzusatzes nach der chemischen Zusammensetzung der Schlacke zu richten hat. Um im Dreistoffdiagramm CaO, SiO_2, Al_2O_3 im Bereich der Hochofenzemente zu liegen, mußte ein Mischungsverhältnis Kalk: Schlacke wie 1:2 gewählt werden, wenn zum CaO-Gehalt der MgO-Gehalt hinzugerechnet wird. Die aus diesen beiden Komponenten, Kalk und Schlacke, zusammengesetzte Mischung enthielt:

28 % SiO_2
18 % Al_2O_3
42 % CaO
5 % MgO .
% FeO

130000165

Die Vermahlung des so zusammengesetzten Gemisches wurde in der Labor-Kugelmühle in Me 34o bis zur Zementfeinheit durchgeführt, so daß

auf Sieb 3o (DIN 1171 = 9ee Maschen/cm^2) höchstens 2% und
auf Sieb 7e (DIN 1171 =49ee Maschen/cm^2) höchstens 25%

Rückstand verblieb.

Die Bindeverhältnisse wurden gemäß DIN 1164 also in Anlehnung an die Zementprüfung untersucht. Nach diesen darf der Erstarrungsbeginn frühestens 1 Stunde nach dem Anmachen mit Wasser erfolgen. Die vorliegende Mahlung ergab einen Schnellbinder, d.h. die Erstarrung trat in weit geringerer Zeit ein, sie war nach 3 Minuten bereits beendet. Die Abbindetemperatur sprang dabei bis auf + 76°C hoch. Diese Vorgänge zeigten, daß eine Reaktion zwischen Kalk und Schlacke durch das Vermahlen nicht eintrat; es entstand kein zementähnliches Bindemittel, wie dies auf Grund der erwähnten Patente hätte erwartet werden müssen. Der größte Teil des Kalkes löschte bei der Herstellung der Bindeproben ab. Infolge "Treiben" zerfielen die Versuchskörper. Es war daher unmöglich mit dieser Vermahlung weitere Versuche anzustellen.

Nach diesen Feststellungen wurden zwei weitere Mahlungen vorgenommen und hierbei der Kalkzusatz ganz erheblich herabgesetzt. In einer 25 Liter fassenden Kugelmühle wurden Mischungen von ungelöschtem Kalk: trockener Schlacke wie 1:1e und 1:15 zementfein gemahlen. Die Prüfung nach dem Zementnormen hatte folgende Ergebnisse:

		Mischungsverhältnisse 1 : 1e	1 : 15
1.) Wasserverbrauch für die Bindeprobe	%	23	2e
2.) Abbindezeiten:			
a) Anfang	nach	5 Min.	1 Std. 45 Min.
b) Ende	nach	3e Min.	2 Std. 15 Min.
3.) Kochprobe		gut	gut
4.) Druckfestigkeiten bei einer Lagerung:			
a) 7 Tage feucht	kg/cm^2	17,1	21,2
b) 1 Tag feucht 6 Tage Wasser	"	17,6	28,5
c) 28 Tage feucht	"	76,7	48,9
d) 28 Tage Wasser	"	95,4	48,9

Diese Mischungen enthielten im Durchschnitt:

35 % SiO_2
25 % Al_2O_3
3o % CaO
3 % MgO

Aus diesen Versuchen ist zu erkennen, daß aus der granulierten Schlacke von Me 24e durch Vermahlen mit <u>ungelöschtem</u> Branntkalk entsprechend den Angaben in den Nickel'schen Patenten ein Zement oder zementähnliches Bindemittel nicht hergestellt werden kann. Es ist jedoch möglich, mit einem Zusatz von ungelöschtem Branntkalk von 6-7% durch einfaches zementfeines Vermahlen in der Kugelmühle ein Bindemittel zu erzeugen, das in seiner technischen Wertigkeit mit einem hydraulischen Kalk im Sinne der

130000166

Normen DIN 1o6o verglichen werden kann. Bei der Verarbeitung dieses Schlackenbindemittels zu Putzmörtel ergab sich beim Vergleich mit einem gleichartigen hydraulischen Kalk eine etwas geringere Geschmeidigkeit. Der Mörtel hat eine Verarbeitungseigenschaft wie etwa Zementmörtel.

Die restlose Verarbeitung der Abstichschlacke zu einem derartigen hydraulischen Bindemittel würde zu einer Jahresproduktion von etwa 5oooo Tonnen führen. Das Schema einer Aufbereitungsanlage hierfür entspricht dem auf Anlage 1e dargestellten Schema, jedoch ohne Kalklöschtrommel.

Da die Aussichten einer quantitativen Verwertung der Schlacke zu einem gewöhnlichen hydraulischen Bindemittel im Hinblick auf die Bedarfsverhältnisse unsicher erschienen, wurden die Versuche mit dem Ziel fortgesetzt, ein den Zementnormen genügendes oder zumindest ein zementähnliches Bindemittel auf einfache Weise zu erzeugen.

C. Vermahlungsversuche mit gelöschtem Branntkalk.

Die Versuche wurden mit gelöschtem Branntkalk fortgesetzt. Der Kalk wurde durch Zugabe von Wasser in Kalkhydrat umgewandelt, d.h. gelöscht und zwar wurde der Kalk trocken gelöscht, d.h. es wurde ihm nur soviel Wasser (etwa 35%) zugegeben, als zur chemischen Bindung erforderlich ist. Als Mischungsverhältnis für den Verversuch wurde, um eine vergleichbare Grundlage mit den Versuchen mit ungelöschtem Kalk zu haben, ein Gew.-Teil gelöschter Kalk zu zwei Gew.-Teilen Abstichschlacke gewählt. Nach Abzug des zum Löschen verwendeten Hydratwassers ergibt sich folgende Zusammensetzung der Mischung:

29 % SiO_2
2e % Al_2O_3
39 % CaO
5 % MgO

Daraus ergibt sich ein Modul im Sinne der Hochofenzementschlacken von 1,19. Die Vermahlung erfolgte in der Kugelmühle bis zur Zementfeinheit. Die Prüfung erfolgte nach DIN 1164 und hatte folgende Ergebnisse:

1.) Wasserbedarf für die Bindeprobe 29 %

2.) Bindezeit Anfang nach 5 Std. 3e Min.
Ende nach ungefähr 21 Std. —

3.) Druckfestigkeiten:

bei 9 Tage Lagerung in feuchter Luft	=	83 kg/cm²
1 Tag in feuchter Luft und 8 Tage im Wasser	=	85 "
28 Tage Lagerung in feuchter Luft	=	137 "
1 Tag feucht und 27 Tage im Wasser	=	155 "

Die Ergebnisse dieses Verversuches liegen bereits erheblich über den von hochhydraulischen Kalken nach DIN 1o6o zu fordernden Mindestfestigkeiten und regten daher zum weiteren Verfolg der Versuche in dieser Richtung an. Sie hatten die Verbesserung der Festigkeiten und die Herausstellung eines Optimums derselben zum Ziel.

Die Versuchsreihe erstreckte sich auf folgende Mischungsverhältnisse:

-5-

130000167

Gelöschter Branntkalk: Schlacke = 1:1, 1:1,2, 1:1,4, 1:1,6, 1:1,8 u.1:2

Die Mahlung erfolgte in einer etwa 25 l fassenden Kugelmühle im Bau Me 139 wobei sich folgende Feinheitsverhältnisse ergaben:

Es fielen durch Sieb Nr.	Maschenweite mm	Maschen auf cm²	Mischungsverhältnis Kalk : Schlacke = 1:1	1:1,2	1:1,4	1:1,6	1:1,8	1:2	
100	0,060	10000	73,6	68,95	63,1	63,6	57,6	62,6	%
80	0,075	6400	78,2	72,85	69,95	70,5	68,7	72,0	%
70	0,080	4900	86,6	81,7	75,9	78,0	78,9	79,3	%
30	0,200	900	99,55	99,65	99,6	98,8	99,4	99,7	%
auf Sieb 30 blieben			0,45	0,35	0,4	1,2	0,6	0,3	%

Diese Versuchsreihen werden mit der Bezeichnung "Normalvermahlung" zusammengefaßt. Eine zeichnerische Darstellung der Siebkurven gibt Anlage 1. Die Mindestfeinheit für Normenzement ist in allen Fällen vorhanden.

Das Raumgewicht der lose eingefüllten Proben ergab:

	Mischungsverhältnis Kalk : Schlacke 1:1	1:1,2	1:1,4	1:1,6	1:1,8	1:2
Raumgewicht in kg/l	0,94	0,99	1,02	1,04	1,07	1,08

Für die Bindeverhältnisse und Raumbeständigkeit nach DIN 1164 ergaben sich folgende Daten:

	Mischungsverhältnis Kalk : Schlacke 1:1	1:1,2	1:1,4	1:1,6	1:1,8	1:2	
Wasserverbrauch	37	37	33,3	29	29	29	%
Abbindezeiten:							
Anfang nach	3 Std. 50 Min.	4 Std. 10 Min.	3 Std. 45 Min.	6 Std. - Min.	4 Std. 30 Min.	4 Std. 45 Min.	
Ende nach	5 Std. 20 Min.	6 Std. - Min.	5 Std. 50 Min.	7 Std. 40 Min.	7 Std. 30 Min.	7 Std. 15 Min.	
Raumbeständigkeitsprobe	gut	gut	gut	gut	gut	gut	

Die Druckfestigkeiten wurden:

a) an normenmäßig behandelten d.h. mit Normensand im Mischungsverhältnis 1:3 auf dem Hammergerät nach DIN 1164 eingeschlagenen Körpern

b) an in Mörtelkonsistenz d.h. in plastischer Form mit Bausand 0-3 mm hergestellten Körpern

ermittelt.

130000168

Zur Feststellung der hydraulischen Eigenschaften wurden die Körper während der Versuchszeit verschieden gelagert und zwar:

Lagerung 1 = Dauernd in den mit Filz ausgeschlagenen und feucht gehaltenen abgedeckten Lagerkasten (Feuchtlagerung).

" 2 = Nach eintägiger Feuchtlagerung anschließend 27 Tage unter Wasser (Wasserlagerung).

" 3 = Nach 7 tägiger Feuchtlagerung anschließend 21 Tage unter Wasser (Wasserlagerung).

" 4 = Nach 7 tägiger Feuchtlagerung anschließend 21 Tage an der Luft des Lageraumes (Luftlagerung).

" 5 = Nach 1 tägiger Feuchtlagerung anschließend 6 Tage unter Wasser und 21 Tage an der Luft des Lagerraumes. (Gemischtlagerung)

Die Ergebnisse sind auf Anlage 2 zusammen gestellt und auf den Anlagen 3 u. 4 zeichnerisch erläutert.

Auffällig ist bei der Betrachtung der Ergebnisse, daß die Festigkeiten der zementnormenmäßig hergestellten Probekörper in den verschiedenen Lagerungsarten nur verhältnismäßig geringe Unterschiede zeigen, während die Festigkeiten der in Mörtelkonsistenz hergestellten Körper bei der Luftlagerung und Gemischtlagerung teilweise erheblich niedriger liegen als bei der Feuchtlagerung und Wasserlagerung.

Für die zementnormenmäßig hergestellten Körper liegt das Optimum der Festigkeiten zwischen den Mischungsverhältnissen des Kalk- Schlackenbindemittels 1:1,4 u. 1:1,8 während bei den in Mörtelkonsistenz hergestellten Körpern dieses Optimum zwischen 1:1,2 u. 1:1,6 liegt. (siehe Anlage 5). Das Optimum hebt sich allerdings nicht erheblich heraus aus dem allgemeinen Festigkeitsniveau der Versuchsreihe. Mischungsfehler bei der Herstellung des Bindemittels würden sich also auf die Festigkeitseigenschaften des Bindemittels nicht erheblich auswirken.
Um den Einfluß der Mahlfeinheit auf die Festigkeiten kennen zu lernen wurde im folgenden Versuch die Mahlung soweit getrieben, daß über 80% durch das Sieb 1ee fielen.
Das Feinheitsverhältnis zeigte folgende Daten:

Durch Sieb	1ee	fielen	= 8e,6 %
"	"	8e "	= 88,4 %
"	"	7e "	= 94,8 %
"	"	3e "	= 99,6 %
Auf Sieb 3e blieben liegen			e,4 %

Eine zeichnerische Darstellung der Siebkurve zeigt Anlage 1 .

Dieser Versuch wurde nur für das im Optimum der bisherigen Versuchsreihe liegende Mischungsverhältnis

1 Gew.-Teil trocken gelöschter Branntkalk und
1,6 " " getrocknete granulierte Schlacke

durchgeführt.

Für die Binde-und Festigkeitsverhältnisse aus dieser Mahlung ergeben sich für die nach DIN 1164 hergestellten und geprüften Körper folgende Daten:

1.) Wasserverbrauch für die Bindeprobe = 32 %

2.) Abbindezeiten: Anfang nach 2 Std. 45 Min.
Ende nach 4 " - "

130000169

3.) Druckfestigkeiten:

			Die Steigerung beträgt gegenüber Normalvermahlg.
Nach 7 Tagen bei Lagerung 2	= 183 kg/cm²		89 %
" 28 " " " 2	= 261 "		51 %
" 28 " " " 5	= 261 "		39 %

Die Daten zeigen eine starke Annäherung an die für Zement gültigen Zahlen und lassen eine beträchtliche prozentuale Steigerung der Festigkeiten gegenüber der entsprechenden Versuche mit Normalmahlung erkennen.

Aus den Versuchen läßt sich feststellen, daß die Schlacke von Me 24e wertvolle Bestandteile enthält, die durch geeignete Behandlung nutzbar gemacht werden können. Eine Bestätigung dafür, daß während des Mahlvorganges in der Mühle Reaktionen auftreten, welche die wertvollen Eigenschaften der Schlacke erst voll entwickeln, ergibt sich aus nachfolgendem Versuch:

1 Gew.-Teil trocken gelöschter Branntkalk und
1,6 " " trockene und auf Zementfeinheit vermahlene Schlacke

wurden zusammen geschüttet und von Hand so lange durchgearbeitet bis keine Farbunterschiede mehr erkennbar waren. Die Festigkeitsprüfung der mit diesem Mischbindemittel hergestellten Prebekörper hatte folgende Ergebnisse:

Lagerungsart und Alter der Prebekörper	Festigkeiten in kg/cm² mit Zementnormenmäßig hergest. Körper	in Mörtelkonsisten hergestellte Körper
Lagerung 1 7 Tage	43,7	7,6
" 2 7 "	40,6	5,8
" 3 28 "	92,3	34,8
" 4 28 "	81,5	11,2
" 5 28 "	86,9	27,3

Eine zeichnerische Gegenüberstellung der Festigkeitsergebnisse der normenmäßig hergestellten Prebekörper bei Normalvermahlung, Feinvermahlung und Handmischung des Mischbindemittels zeigt Anlage 6 .
Der Vermahlungseffekt ist deutlich zu erkennen.

Wenn auch die hochhydraulischen Eigenschaften der Schlacke aus den beschriebenen Versuchen klar erkannt werden können, so ergeben einen weiteren Nachweis Vergleichsversuche mit Traß, Quarzmehl und dem in hiesiger Gegend viel verwendeten Zementkalk " Zyklop" .
Traß enthält lösliche Kieselsäure und ergibt mit Kalk ein hydraulisches Bindemittel, während Quarzmehl als ein unter normalen Verhältnissen mit Kalk nur träge reagierender Steff zu betrachten ist.

Als Mischungsverhältnis wurde für Traß und Quarzmehl zugrunde gelegt:

1 Gew.-Teil trocken gelöschter Branntkalk und
2 " " Traß bezw. Quarzmehl .

Die Vermahlung erfolgte in der Kugelmühle bis zur Zementfeinheit.
Der Zementkalk wurde im Anlieferzustand verwendet.

1300001?0

Die Prüfung ergab folgende Werte:

a) Abbindeverhältnisse

	Zementkalk „Zyklop"	Bindemittel mit T r a ß	Bindemittel mit Quarzmehl
Wasserverbrauch %	30,2	49	43
Abbindezeiten:			
Anfang	4 Std. - Min.	34 Min.	35 Min.
Ende	6 Std.15 Min.	3 Std. - Min.	3 Std. 45 Min.

b) Festigkeiten

Lagerungsart	Alter der Prüfkörper	Zementkalk „Zyklop" Zement-norm. mäßig hergestellte Körper kg/cm²	Zementkalk „Zyklop" In Mörtelkonsistenz hergestellte Körper kg/cm²	Bindemittel mit Traß Zementnormenmäßig hergestellte Körper kg/cm²	Bindemittel m. Quarzmehl Zementnormenmäßig hergestellte Körper kg/cm²
1	7 Tage	32,5	7,6	24,4 +)	11,6 +)
2	7 "	25,4	8,1	27,7 +)	15,7 +)
1	28 "	49,7	21,3	60,9	20,7
2	28 "	44,3	18,1	82,7	33,7
3	28 "	49,7	18,4	)	
4	28 "	67,2	14,3	) nicht ausgeführt	
5	28 "	69,1	20,1	)	

+) = 9 Tage alt.

Vergleichen wir die erhaltenen Daten dieses Versuches mit den Ergebnissen der Versuche mit dem Schlackenbindemittel, so finden wir eine beträchtliche Überlegenheit der Festigkeiten und hydraulischen Eigenschaften des mit dem Schlackenmischbindemittel hergestellten Mörtels.

Um einen Einblick in die Möglichkeit einer sulfatischen Erregung der Schlacke durch Zusatz von Gips +) zu bekommen, wurde ein Versuch mit einem Zusatz von 3 % Baugips zum Bindemittel vorgenommen, bei welchem der Gips der Mischung von

1 Gew.-Teil trocken gelöschten Branntkalk und
1,6 " " granulierter trockener Schlacke

vor dem Vermahlen beigegeben wurde. Während die Abbindezeiten der Mischungen mit und ohne Gips gleich waren, hatten die mit dem gipshaltigen Bindemittel hergestellten Probekörper nachfolgende erhöhte Festigkeiten:

-9-

+) Siehe Aufsatz über "Neue Untersuchungsergebnisse an Gips-Schlackenzementen" in der Tonindustriezeitung Nr. 47/48 von 1935.)

X Festgestellt wurden folgende Reihe:
1) Zementnorm
2) 1 " " + 6 Vyclacken
3) 1 " " + 2 Traß
4) 1 " " + 2 Quarzmehl usw.

Lagerungsart und Alter der Probekörper	Druckfestigkeiten: Zementnormenmäßig hergest. Körper kg/cm²	In Mörtelkonsistenz hergestellten Körper kg/cm²
1 7 Tage	151,8 (109,6)	42,2 (23,2)
1 28 "	231,0 (178,0)	100,4 (90,6)
3 28 "	228,6 (175,5)	89,3 (82,2)
4 28 "	225,9 (187,9)	68,4 (58,4)

Die in Klammer gesetzten Zahlen sind die entsprechenden Festigkeitswerte der mit dem Bindemittel ohne Gipszusatz hergestellten Probekörper.

Der Gipszusatz bewirkt also eine nicht unwesentliche Festigkeitssteigerung. Der Vergleichsversuch bezieht sich auf eine Normalvermahlung.

Einen zeichnerischen Vergleich der Festigkeiten gibt Anlage 8 .

Überträgt man die Ergebnisse auf die oben beschriebene Feinvermahlung, so ist zu erkennen, daß es möglich sein wird, aus der Generatorschlacke nach Vermahlen mit Kalk ein hochhydraulisches Bindemittel zu erzeugen, das die von einfachen Normenzementen geforderten Mindestfestigkeiten nach 7 Tagen und im Falle bei Wasserlagerung auch nach 28 Tagen erreicht und nur in der Gemischtlagerung nach 28 Tagen hinter diesen zurückbleibt.

Vergleicht man die Ergebnisse der bisherigen Versuche mit den nach den Normen für Zemente und Baukalke zu fordernten Mindestfestigkeiten, so ergibt sich die eindeutige Tatsache, daß aus der Abstichschlacke von Me 24e durch einfaches Vermahlen mit gelöschtem Weißkalk oder Dolomitkalk ein Bindemittel erzeugt werden kann, dessen Festigkeiten ganz erheblich über die der hochhydraulischen Kalke herausragen. Die nachfolgende Tabelle, die auf Anlage 9 graphisch veranschaulicht ist, enthält eine vergleichende Übersicht:

Art der Bindemittel	Mindestdruckfestigkeiten in kg/cm² nach 3 Tagen	7 Tagen	28 Tagen
A. Normenbindemittel			
1) Portlandzement.			
Wasserlagerung		200	300
Gemischte Lagerung			400
2) Hochwertige Zemente.			
Wasserlagerung	250		400
Gemischte Lagerung			500
3) Baukalke (feuchte Lagerung)			
1. Wasserkalk			15
2. Hydraulischer Kalk			40
3. Hochhydraulischer Kalk			80
B. Mischbindemittel, hergestellt aus 1,6 Gew.Teilen Abstichschlacke auf 1 Gew.Teil gelöschten Branntkalk (Feinmahlung ohne Gipszusatz)			
Wasserlagerung		183+)	261+)
Gemischte Lagerung			261+)

+) = Versuchsergebnisse .

13000172

Die Versuche sollen noch keine erschöpfende Prüfung der Materie darstellen, sie bilden aber eine hinreichende Unterlage für die Berechnung der Wirtschaftlichkeit des Verwertungsverfahrens.

D. Wirtschaftliche Überlegungen.

Für eine angenäherte Berechnung der Gestehungskosten des Schlackenmischbindemittels können folgende Zahlen zu Grunde gelegt werden:

1.) Einkaufspreis für gebrannten Stück-Kalk, frei Korbetha pro Tonne	RM	22,2o
2.) Preis für die granulierte Schlacke pro Tonne	"	1,5o
3.) Trocknen der Schlacke mit einem Wassergehalt von 7% pro Tonne	"	o,2o
4.) Vermahlen der Schlacke mit dem Kalk, Lagern, Absacken und Verbringen zum Waggon einschl. Verpackungsmaterial pro Tonne	"	5,5o +)

Legt man der Berechnung das aus den Versuchen sich ergebende zweckmäßige Mischungsverhältnis

1 Gew.-Teil gelöschter Kalk auf 1,6 Gew.-Teil trockene Schlacke

zugrunde, so ergeben sich unter Berücksichtigung des Hydratwassers folgende Verhältnisse:

1,o Gew.Teil Stückkalk
o,35 " " Hydratwasser
2,2 " " Schlacke
} = 3,55 Gew.-Teile Mischbindemittel.

Für 1 Tonne fertiges Mischbindemittel ergibt sich auf Grund der obigen Zahlen ein Gestehungspreis von

$$\frac{1{,}o \times 22{,}5 + 2{,}2 \times (1{,}5o + o{,}2o)}{3{,}55} + 5{,}5 = 12{,}9 \text{ RM}$$

Der Einkaufspreis des hier im Werk verwendeten hydraulischen Kalkes " Marke Zyklop " beträgt 22,5 RM pro Tonne frei Korbetha. Qualitätsmäßig steht jedoch das Schlackenmischbindemittel erheblich über diesem hydraulischen Kalk und kann eher mit einem aus Normenzement und Kalk für die Herstellung eines sogenannten verlängerten Zementmörtels häufig verwendeten Bindemittel verglichen werden. Die Kosten hierfür liegen je nach dem Mischungsverhältnis zwischen den Kalk - und Normenzement-Preisen.
Die angenähert ermittelten Gestehungskosten für ein Schlackenbindemittel geben einen starken wirtschaftlichen Anreiz, die Schlacke in dieser Richtung zu verwerten.
Das Schema für eine Anlage zur Herstellung eines Mischbindemittels aus granulierter Schlacke und gelöschtem Kalk ist auf der Anlage 1o dargestellt.

E. Übersicht über die Fortsetzung der Versuche.

Weitere Versuche sind angesetzt. Diese umfassen das Gebiet der Lagerbeständigkeit und Haltbarkeit des baufertigen Bindemittels und die Ermittlung des Festigkeitslaufs fertiger Körper auf lange Frist unter verschiedenen Lagerbedingungen.

+) Angaben der Zementfabrik Wolfen.

130000173

Ferner sind Versuche im Gange, das Ablöschen des Branntkalkes mit der feuchten granulierten Schlacke vor der Vermahlung vorzunehmen, um einerseits die Trocknung der Schlacke zu ersparen andererseits die Hydratationswärme zur Weckung der hydraulischen Eigenschaften der Schlacke auszunutzen.

Die Versuche über die Eigenschaften des Schlackenbindemittels bei einer Verarbeitung als Mauer- und Putzmörtel ergaben weder Schwierigkeiten bei der Verarbeitung noch irgend welche Mängel an den ausgeführten Putzflächen. Die Bta. und die Siedl.Verwaltung haben für weitere praktische Versuche je 3 Sack Mischbindemittel erhalten.

Da die restlose Verwertung der Abstichschlacke zur Herstellung eines Bindemittels eine Jahresproduktion von 70000 Tonen ergeben würde, - eine Menge, die schwer unterzubringen wäre - sind weitere Versuche zur Herstellung von Mauersteinen nach der Art der Hüttensteine bezw. Kalksandsteine eingeleitet worden.
Die bisher vorliegenden Versuchsergebnisse, die im Einzelnen in einem späteren Bericht zusammengefaßt werden sollen, lassen bereits erkennen, daß es möglich sein wird, die Schlacke auch zur Steinherstellung zu verwerten.

F. Zusammenfassung.

Die vorliegenden Versuche führten zu dem Ergebnis, daß es auf einfache Weise wirtschaftlich möglich ist, die aus den Abstichgeneratoren Me 240 anfallende granulierte Schlacke zur Herstellung eines zementartigen Bindemittels zu verwerten. Die Herstellung dieses Bindemittels erfolgt durch Vermahlen der Schlacke mit gelöschtem Branntkalk.Als zweckmäßiges Mischungsverhältnis ergab sich 1 Gew.-Teil gelöschter Kalk auf 1,6 Gew.Teile granulierte Schlacke.

Aus Vorversuchen ist zu erkennen, daß sich die Schlacke auch zur Herstellung von Mauersteinen nach Art der Hüttensteine bezw. Kalksandsteine eignet. Die Versuche werden fortgesetzt.

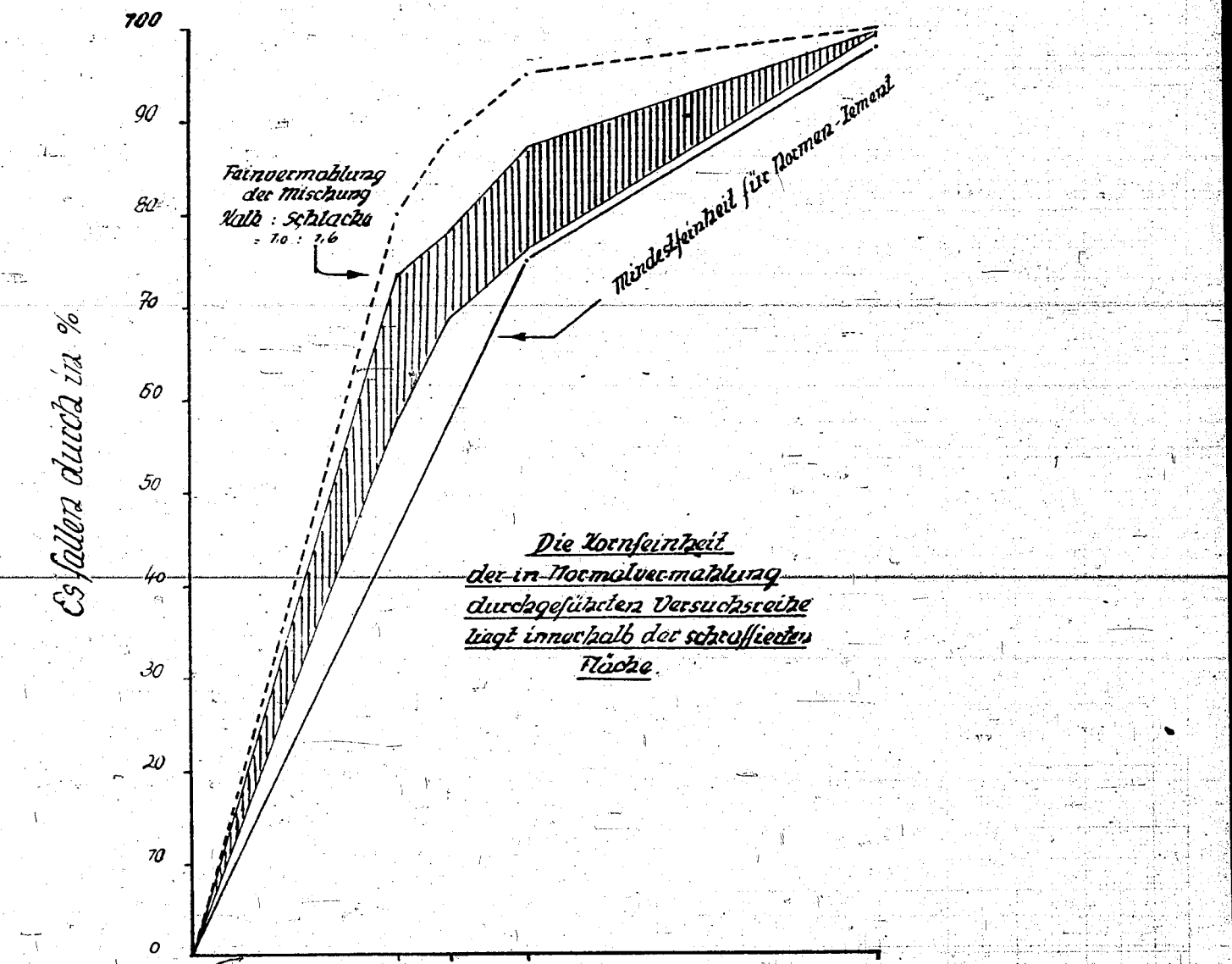
Materialprüfungsbetrieb Me 175
Laboratorium f. Baustoffprüfung

1300001174

Auftrag: V 2612/39. Anlage: 1

Versuche
über die Verwertungsmöglichkeit der granulierten Schlacke aus den Hochöfengeneratoren Me 240.

Mahlfeinheiten



Materialprüfungsbetrieb Me. 175
Labor für Baustoffprüfung.

Ammoniakwerk Merseburg
Gesellschaft mit beschränkter Haftung
Leuna-Werke (Kreis Merseburg)

Lm 4.12.40

Auftrag: V 2612/39. Anlage: 2

1300C175

Versuche über die Verwertungsmöglichkeit der granulierten Schlacke aus den Abstichgemengen Me 240.

Druckfestigkeiten von Mörtelprobekörpern hergestellt mit Kalk-Schlacken-Bindemittel verschiedener Mischungs-Verhältnisse in Normalvermahlung bei verschiedenen Lagerungsarten.

Mischungs-Verhältnis des Bindemittels Kalk : Schlacke	Alter der Probe-Körper Tage	Druckfestigkeiten in kg/cm²										
		Zementnormenmässig hergestellt:						In Mörtelkonsistenz hergestellt:				
		Lagerungs-Art:						Lagerungs-Art				
		1	2	3	4	5		1	2	3	4	5
1 : 1,0	7	100,4	82,8					28,0	24,4			
1 : 1,0	28	164,3	155,5	153,9	155,8	148		79,0	61,3	67,0	54,7	49,6
1 : 1,2	7	92,7	74,5					32,5	25,0			
1 : 1,2	28	156,4	150,6	151,3	161,0	150,6		72,6	67,7	70,4	63,9	67,3
1 : 1,4	7	121,3	97,8					40,0	35,2			
1 : 1,4	28	158,4	148,6	151,9	155,8	140,3		86,0	81,6	83,4	81,7	82,8
1 : 1,6	7	109,6	101,0					23,2	19,8			
1 : 1,6	28	178,0	173,5	175,5	187,9	171,5		90,6	76,3	82,2	58,4	56,8
1 : 1,8	7	93,2	82,8					24,3	21,7			
1 : 1,8	28	174,2	157,1	170,8	160,3	166,3		82,2	73,4	78,9	54,1	52,2
1 : 2,0	7	71,6	68,8					20,8	22,9			
1 : 2,0	28	153,9	166,8	149,2	144,2	130,4		88,9	72,4	80,9	37,8	58,0

Lagerungsart: 1 = dauernd feucht
2 = 1 Tag feucht, dann dauernd Wasser
3 = 7 Tage " , 21 Tage Wasser
4 = 7 Tage feucht 21 Tage Luft
5 = 1 Tag feucht, 6 Tage Wasser, 22 Tage Luft

Materialprüfungsstelle Me 175.
Leiter für Betriebsprüfung

Ammoniakwerk Merseburg
Gesellschaft mit beschränkter Haftung
Leuna-Werke (Kreis Merseburg)

Auftrag: V 2612/39. Anlage: 3

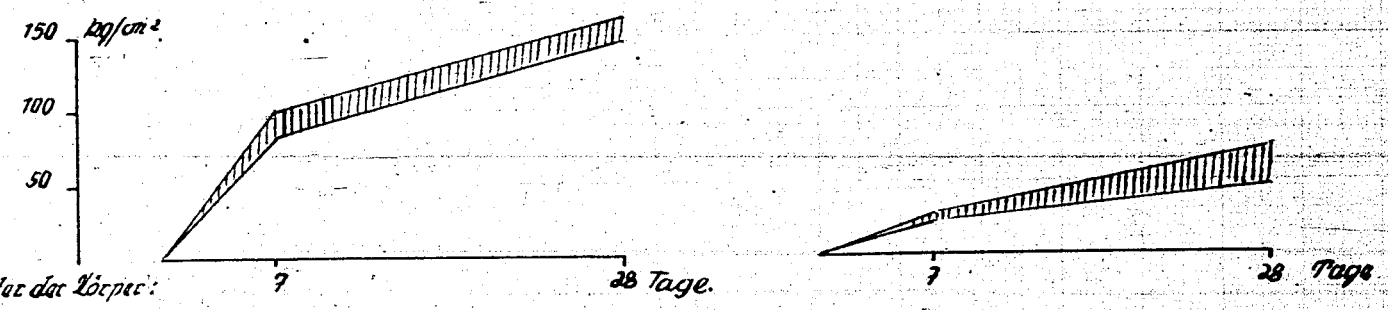
Versuche
über die Verwertungsmöglichkeit der granulierten Schlacke aus den Abstichgeneratoren Me 240.

Druckfestigkeiten von Mörtelprobekörpern, hergestellt mit Kalk-Schlacken-Bindemittel verschiedener Mischungsverhältnisse in Normalvermahlung bei verschiedenen Lagerungsarten.

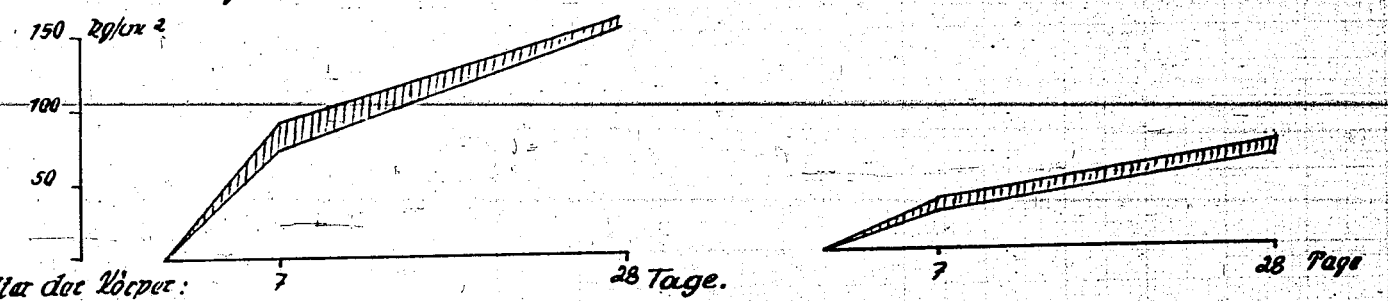
Zementnormenmässig hergestellte Körper
1 Gew.-Teil Bindemittel +
3 Gew.-Teile Normensand.

In Mörtelkonsistenz hergestellte Körper
1 Gew.-Teil Bindemittel +
3 Gew.-Teile Bausand 0-3 mm.

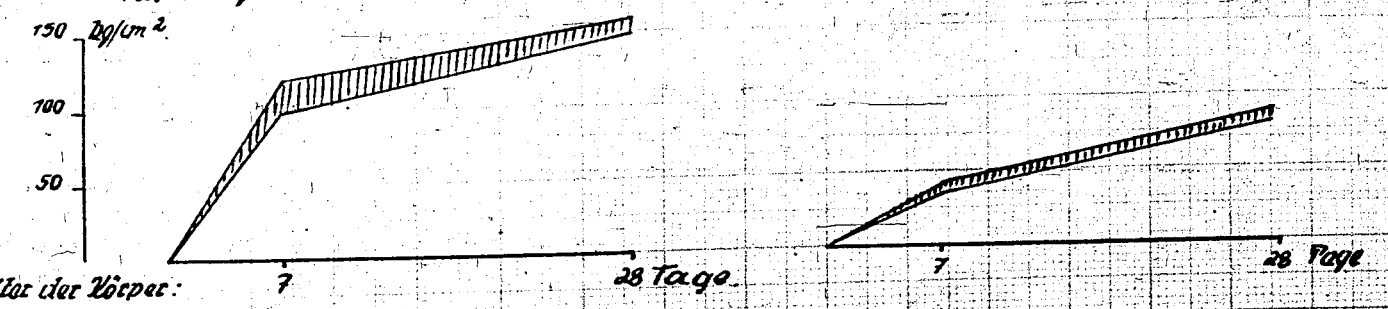
Mischungs-Verhältnis des Bindemittels: 1 Gew.-Teil gelöschtes Kalkpulver : 1 Gew.-Teil Schlacke.



Mischungs-Verhältnis des Bindemittels: 1,0 Gew.-Teil gel. Kalkpulver : 1,2 Gew.-Teile Schlacke.



Mischungs-Verhältnis des Bindemittels: 1,0 Gew.-Teil gel. Kalkpulver : 1,4 Gew.-Teile Schlacke.



Die Druckfestigkeiten bei den verschiedenen Lagerungsarten liegen innerhalb der schraffierten Fläche.

Materialprüfungsbetrieb Me 175.
Labor für Baustoffprüfung.

Uhe
4.6.40.

Auftrag: V 2612/39.

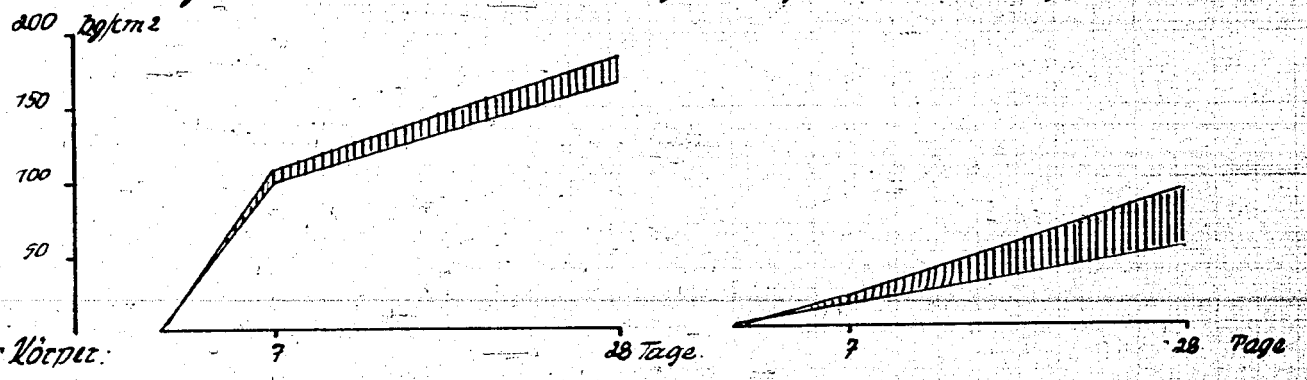
Anlage: 4

Versuche
über die Verwertungsmöglichkeit der granulierten Schlacke aus den Ofstichgenieratoren Me 240.

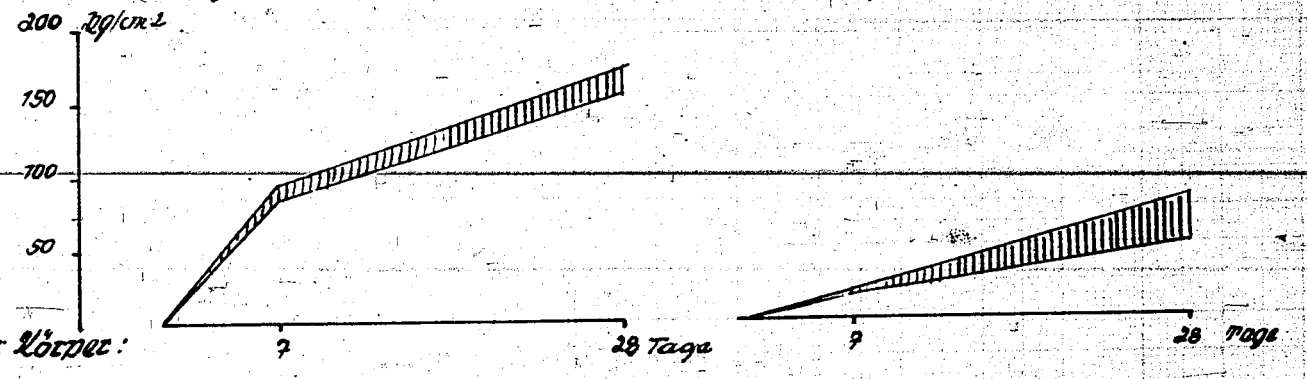
Druckfestigkeiten von Mörtelprobekörpern, hergestellt mit Kalk-Schlacken-Bindemittel verschiedener Mischungsverhältnisse in Normalvermahlung bei versch. Lagerungsarten.

Zementnormenmässig hergestellte Körper	In Mörtelkonsistenz hergestellte Körper
1 Gew.-Teil Bindemittel, 3 Teile Normensand.	1 Gew.-Teil Bindemittel, 3 Gew.-Teile Bausand 0-3 mm.

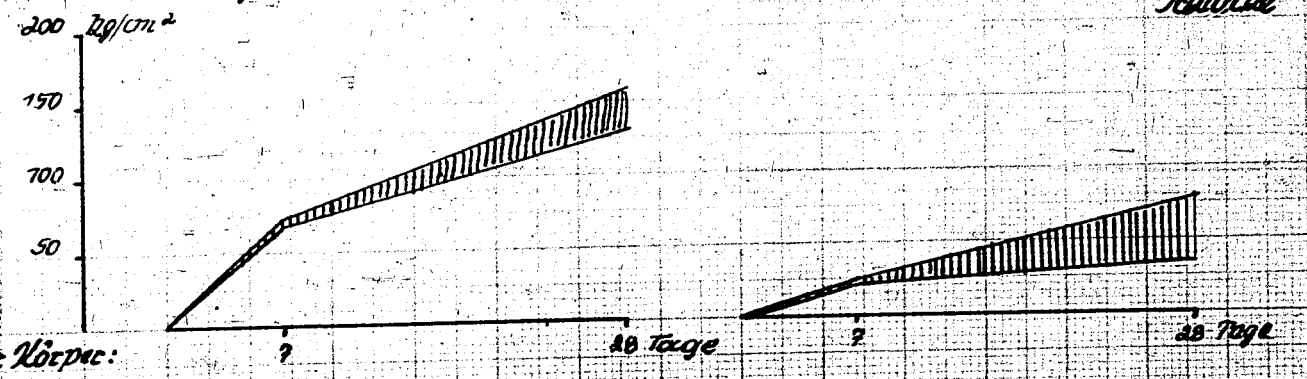
Mischungsverhältnis des Bindemittels: 1 Gew.-Teil gel. Kalkpulver: 1,6 Gew.-Teile Schlacke.



Mischungs-Verhältnis des Bindemittels: 1 Gew.-Teil gel. Kalkpulver: 1,8 Gew.-Teile Schlacke



Mischungs-Verhältnis des Bindemittels: 1 Gew.-Teil gel. Kalkpulver: 2,0 Gew.-Teile Schlacke



Die Druckfestigkeiten bei der verschiedenen Lagerungsarten liegen innerhalb der schraffierten Flächen.

Materialprüfungsbetrieb Me 175.
Labor. für Bauteilprüfung.

Ammoniakwerk Merseburg
Gesellschaft mit beschränkter Haftung

Auftrag: V 2612/39.

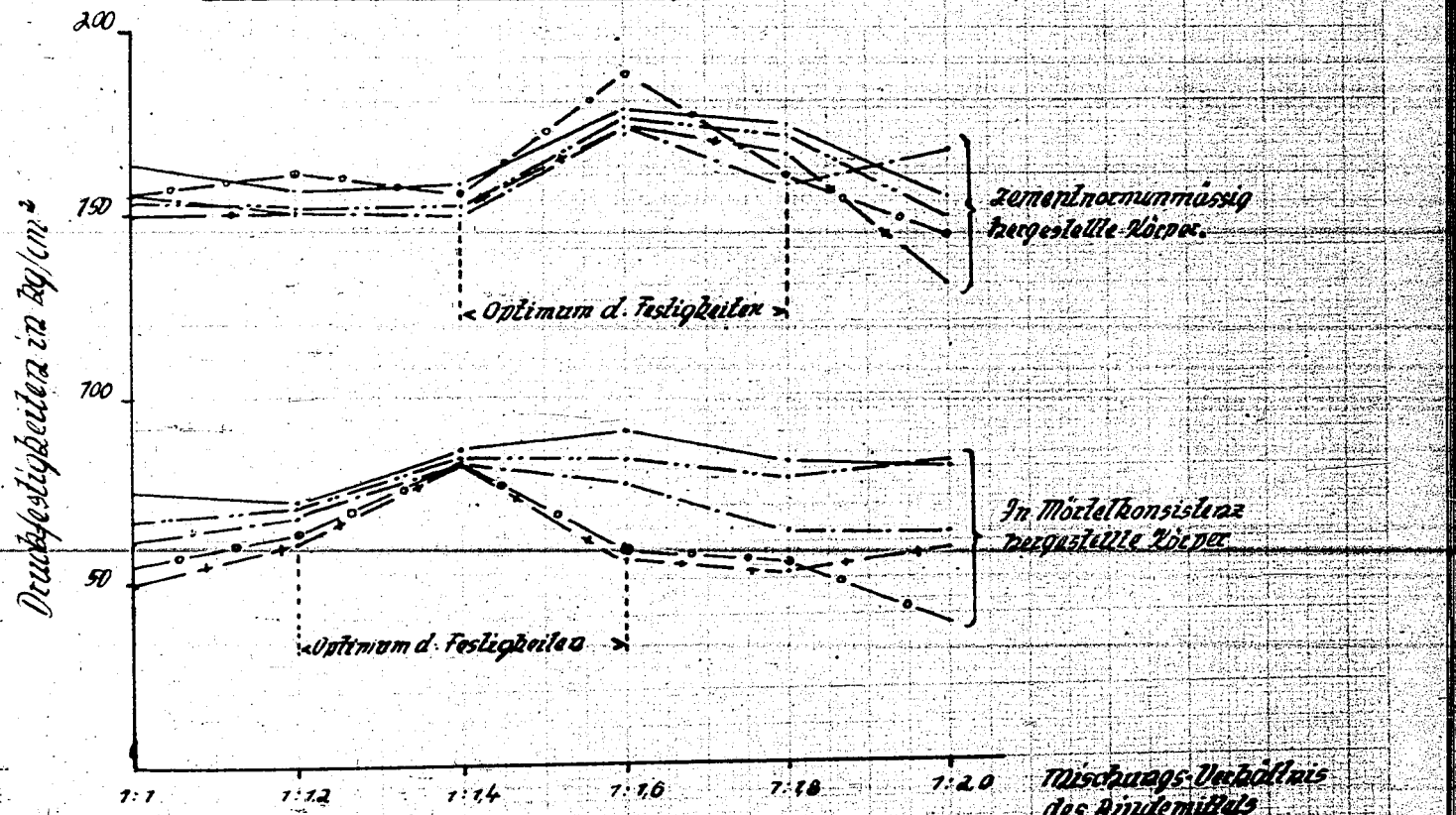
Anlage: 5

Versuche

über die Verwertungsmöglichkeiten der granulierten Schlacke aus den Hochofengeneratoren Nr 240.

Druckfestigkeiten von Mörtel-Probekörpern hergestellt mit Kalk-Schlacken-Bindemittel verschiedener Mischungs-Verhältnisse in Normal-Vermahlung bei verschiedenen Lagerungsarten.

Alter der Probekörper: 28 Tage.



Lagerungsarten:

1 ——— dauernd feucht
2 —·—·— 1 Tag feucht, dann Wasser
3 —··—··— 7 Tage feucht, 21 Tage Wasser
4 —o—o— 7 Tage feucht, 21 Tage Luft
5 —+—+— 1 Tag feucht, 6 Tg. Wasser, 21 Tage Luft

Mauersteinprüfungsstelle Nr 115
Leiter: Dr. Kurzendörfer

Ammoniakwerk Merseburg
Gesellschaft mit beschränkter Haftung

Anlage 6

Anlage 1 zu 26/2/39

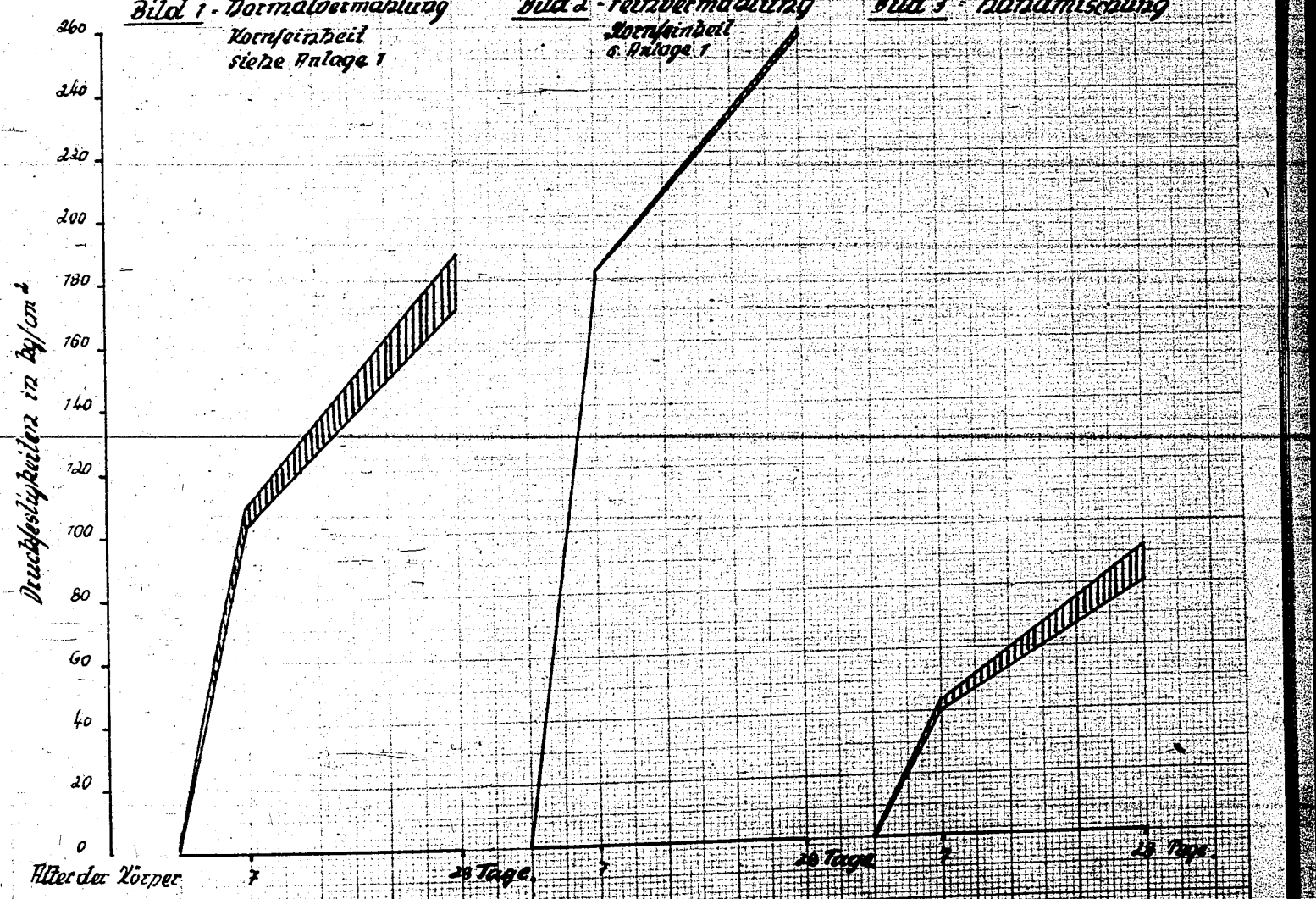
Versuche

über die Verwertungsmöglichkeit der granulierten Schlacke aus der Rostfeuerung Nr. 20.

Einfluss der Vermahlung und Mischung bei der Herstellung des Bindemittels.

Mischungsverhältnis des Bindemittels: 1 Gewichts-Teil trocken gelöschter Kalk + 1,6 " " Teile granulierte Schlacke.

Probekörper normengemäss hergestellt.



Die Druckfestigkeiten bei den verschiedenen Lagerungsarten liegen innerhalb der schraffierten Flächen.

Normenfestigkeit gemäss Anl. Nr. 12b.

Ammoniakwerk Merseburg
Gesellschaft mit beschränkter Haftung
Leuna-Werke (Kreis Merseburg)

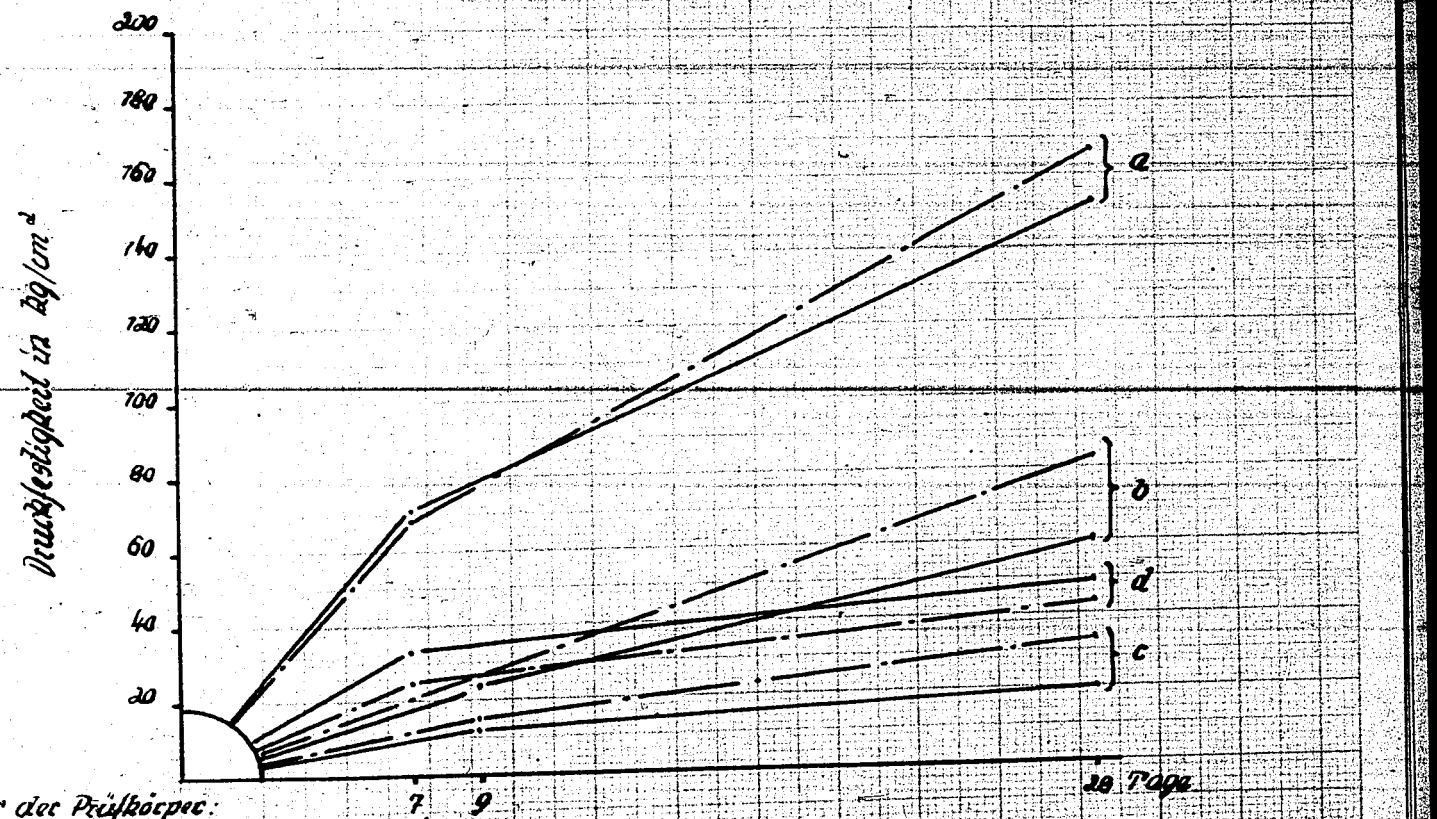
130000150

Auftrag: 2612/39. Anlage 7

Versuche
über die Verwendungsmöglichkeit der granulierten Schlacke aus den Abstichgeneratoren Nr. 2 u. 3.

Festigkeitsvergleiche
der zementnormenmässig mit verschiedenartigen Bindemitteln hergestellten Prüfkörper.

Bindemittel: a = 2 Gew.-Teile Schlacke } mit 1 Gew.-Teil gelöschten Kalk vermahlen
b = 2 " " Trass
c = 2 " " Gutaxmehl
d = Zementkalk „Ziegler"

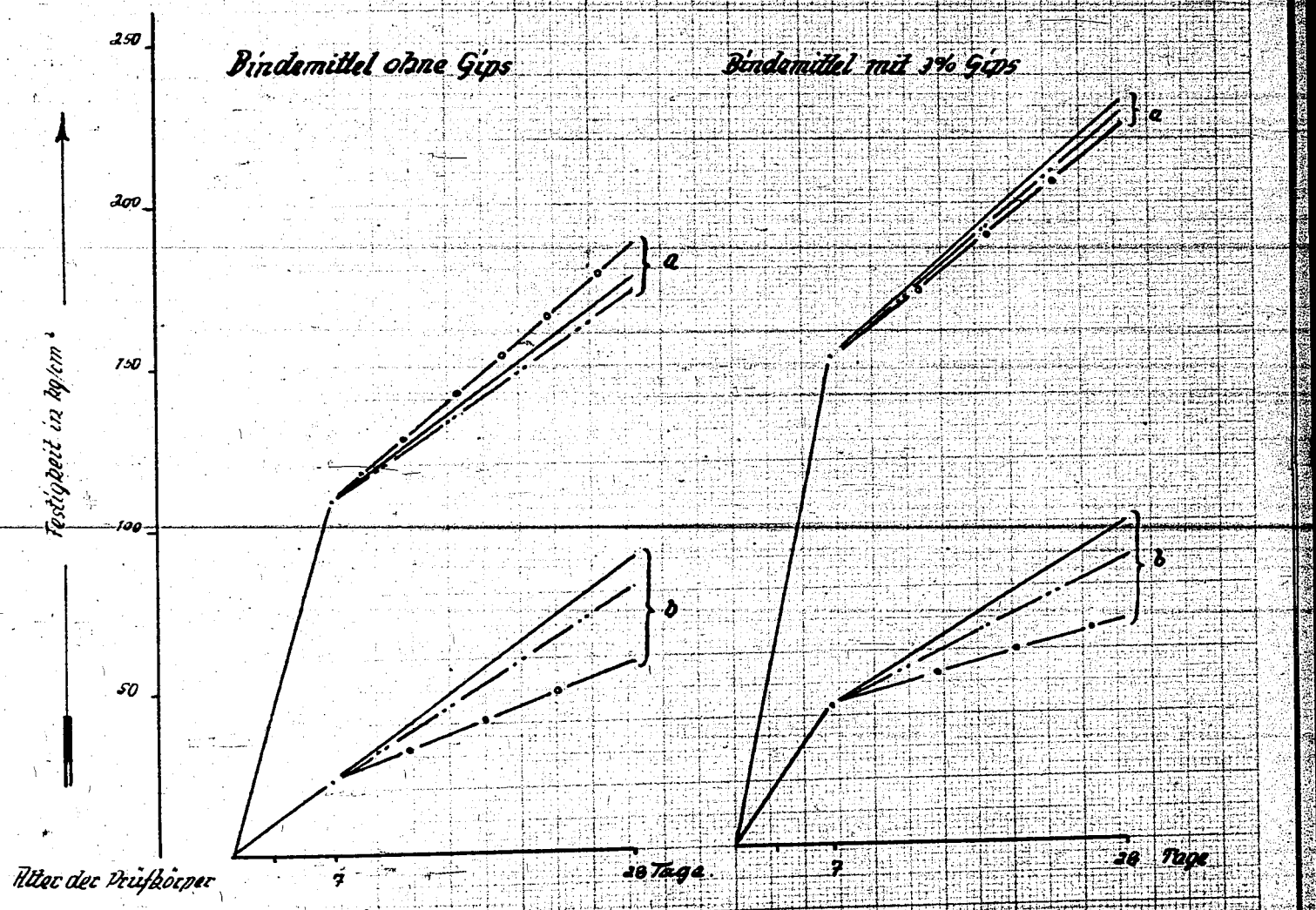


Ammoniakwerk Merseburg
Gesellschaft mit beschränkter Haftung
Werke Leuna, Merseburg

Auftrag: V 2612/39.

Versuche
über die Verwertungsmöglichkeit der granulierten Schlacke aus den Stickstoffwerken Post Piesteritz

Einwirkung des Gipszusatzes auf die Druckfestigkeit von Mörtel-Probekörpern, hergestellt mit einem Bindemittel aus 1 Gewichts-Teil gelöschtem Kalk und 16 Gewichts-Teilen trockener Schlacke.



a = zementnormenmässig hergestellte Prüfkörper.

b = in plastischer Konsistenz mit Bausand 0–3 mm hergestellte Prüfkörper.

Lagerungsarten:

1 — Dauernd feucht

3 - - - 2 Tage feucht, 26 Tg. Wasser

4 —·—·— 2 Tage feucht, 26 Tg. Luft.

Stickstoffwerke Piesteritz Aktiengesellschaft
Abteilung für Bodenverbesserung

Anhaltische Stickstoffwerke Merseburg
Gesellschaft mit beschränkter Haftung
Leuna-Werke (Kreis Merseburg)

Ammoniakwerk Merseburg
Gesellschaft mit beschränkter Haftung

Auftrag: V 2612/39.

Anlage: 9

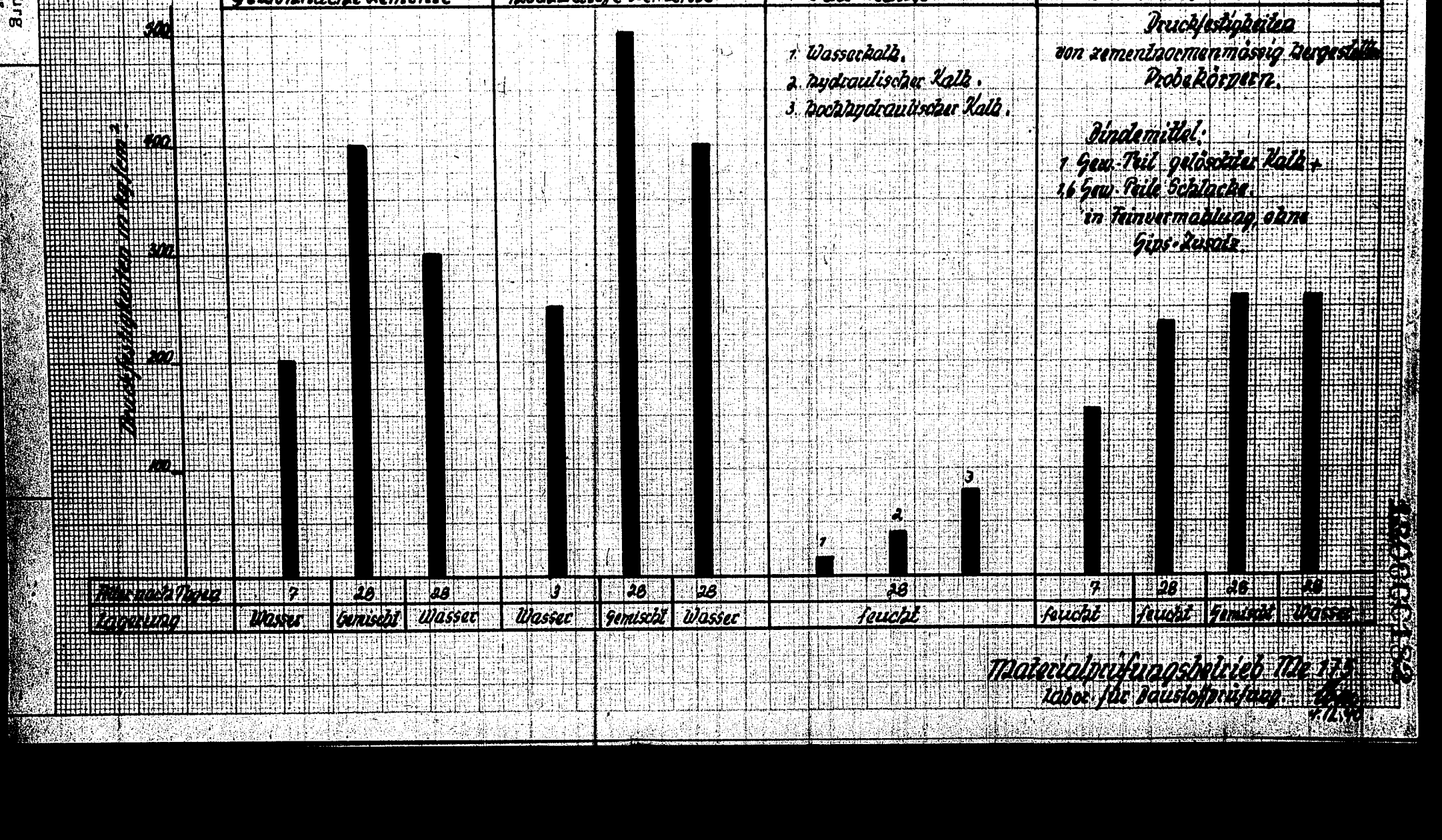
Versuche

über die Verwertungsmöglichkeiten von granulierter Schlacke aus den Rostkühlgeneratoren Me 240.

Gegenüberstellung der in den bisherigen Versuchen erzielten Festigkeit u. Normenfestigkeit für Zemente und Kalk.

Normenfestigkeiten.

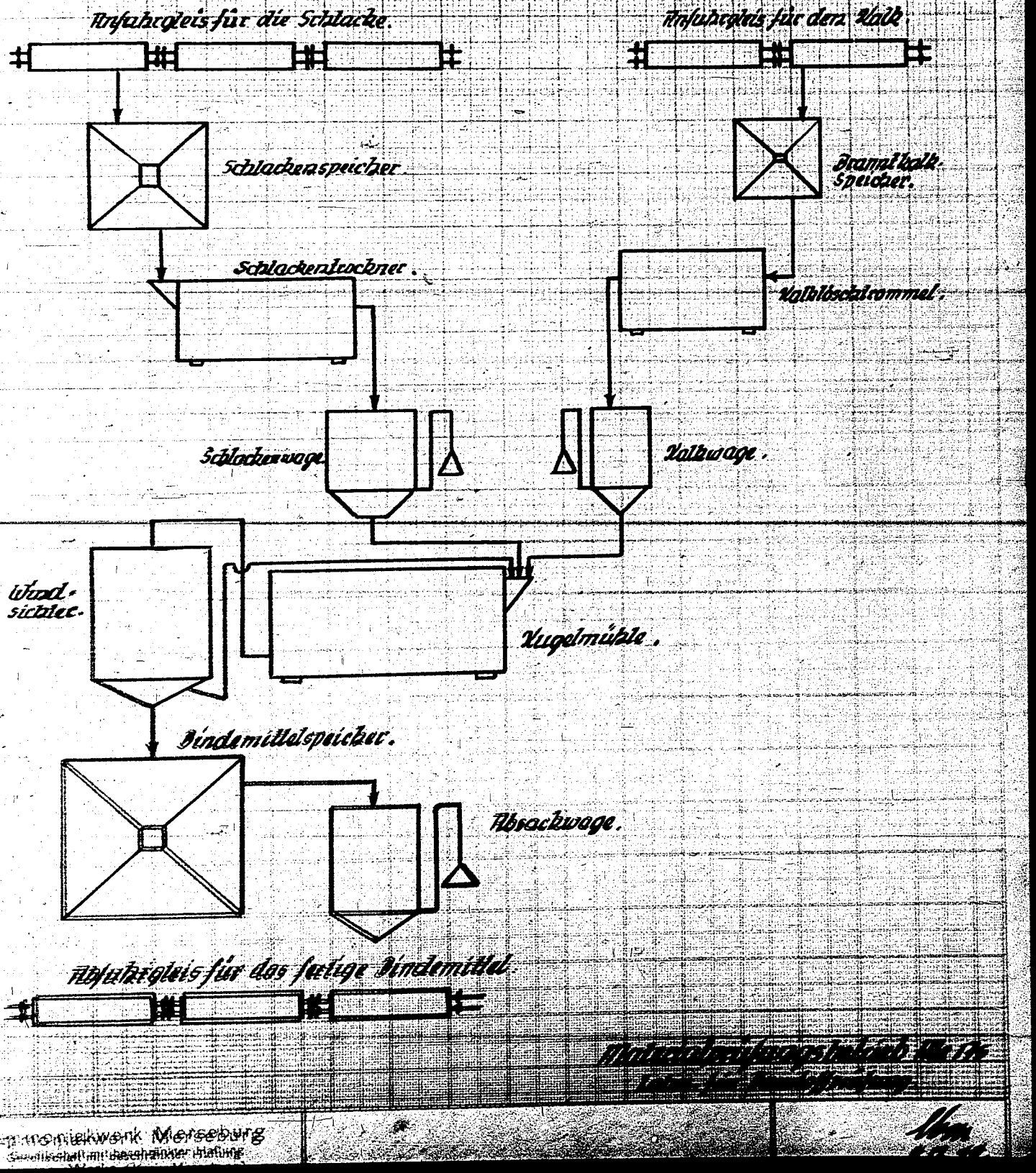
Gewöhnliche Zemente	Hochwertige Zemente	Bau-Kalke	Schlacke aus Me 240
		1. Wasserkalk. 2. hydraulischer Kalk. 3. hochhydraulischer Kalk.	Druckfestigkeiten von zementnormenmäßig hergestellten Probekörpern. Bindemittel: 1 Gew.-Teil gelöschter Kalk + 2,6 Gew.-Teile Schlacke, in Feinvermahlung ohne Gips-Zusatz.



Materialprüfungsbericht Nr. 1[illegible]
Labor. für Baustoffprüfung [illegible]

Versuche
über die Verwertungsmöglichkeit der granulierten Schlacke aus den Rostfeuergeneratoren Me 240.

Schema für eine Anlage zur Herstellung eines Mischbindemittels aus granulierter Schlacke aus Me 240 und gelöschtem Kalkpulver.



Bag 3041

Target № 30/4.02

140000184

14

Leuna

(I. G. Farben)

14000018

Ammoniakwerk Merseburg
Gesellschaft mit beschränkter Haftung
Haupt-Berichte-Sammlung
Referate-Büro

Vertraulich!

GASIFICATION
3041 – 30/4.02 – 14

Bericht Nr.: 817 / II

Datum: 24.V.1941

Betrieb: Materialprüfung

Überschrift: Bericht über die Ursache der Verschlackung in den Brassert-Generatoren in Me 240.

Verfasser: van Thiel

Exemplar 1

Zurück an Referate-Büro Me 24

3569 – 500 – 369 DinA4

1400001[illegible]

3041 - 30/4.02 -14

Wy/vTh/Lb. Leuna Werke, am 24.Mai 1941 Sr.

Auftrag Nr. V 4335/40.

Ammoniakwerk Merseburg
G.m.b.H.
Haupt-Berichte-Sammlung
Referate-Büro
Me Nr. 817 / II

Untersuchung

über die Ursache der Verschlackung in den Brassert-Generatoren in Me 240.

In den Brassert-Generatoren bildet sich in der Zone des Rührers eine fast völlig kompakte, nur teilweise mit Blasen durchsetzte, dunkelgraue, harte Schlacke, welche den Betrieb der Generatoren außerordentlich stört und zu Beschädigungen der im Verschlackungsbereich liegenden Teile des Generators führt.

Eine schematische Darstellung eines Brassert-Generators zeigt die Anlage 1.

Der von der Gasfabrik eingelieferte, etwa 5 kg schwere Schlackenbrocken entstand bei der kontinuierlichen Vergasung von Deubener Hartgrude mit Sauerstoff und Kohlensäure.

Die Deubener Grude hat nach der uns vorliegenden Probe 81,6 % Verbrennliches und 18,4 % Asche.

Wir haben diese Grude in einem elektrischen Drehrohrofen in oxydierender Atmosphäre bei 700° verascht. In der nachfolgenden Zusammenstellung ist die Zusammensetzung der so gewonnen Grudeasche und des von der Gasfabrik eingelieferten Schlackenbrockens enthalten.

	Asche der Deubener Grude (Veraschungstemp. 700°C)	Schlackenbrocken aus dem Brasssert-Generator
	%	%
SiO_2	4,1	7,6
Fe_2O_3	10,4 +)	23,8 +)
Al_2O_3	5,6	9,0
CaO	32,2	50,8
MgO	2,7	3,7
Alkalien	1,3	0,9
SO_3	42,2	1,3
Sulfid-S.	0,4	3,2
CO_2	2,4	0,9
Verbrennliches	-	2,5 ++)

+) zum Teil als FeO
++) das Verbrennliche stammt von kleinen Grudeeinschlüssen.

Beim Vergleich der Analyse der Grudeasche und des Schlackenbrockens fällt ganz besonders auf, daß der hohe SO_3-Gehalt der Grudeasche sich im Zuge der Schlackenbildung bis auf einen ganz kleinen Prozentsatz verflüchtigt hat,

während mit Ausnahme der Alkalien und der Kohlensäure die übrigen Bestandteile bei Berücksichtigung der Analysenschwankungen in einem gleichgearteten Verhältnis zueinander geblieben sind. Der Gehalt an Sulfid-Schwefel ist so beachtlich, daß eine Befeuchtung des Schlackenstückes deutlich Geruch nach H_2S ergibt.

Um ein Urteil über die möglichen Maßnahmen zur Behebung oder Herabminderung der Schlackenbildung zu erlangen, war die Feststellung der thermischen Verhältnisse, welche zur Bildung dieser Schlacke führen, erforderlich.

Zur Lösung dieser Aufgabe wurden nachfolgende Versuche durchgeführt:

1.) Die zu Splittbruch zerschlagene Schlacke wurde in einer Körnung von 5-10 mm auf Sillimanitplättchen zu Häufchen aufgeschichtet und in der schwach reduzierenden Atmosphäre des Kohlegrießofens bei 900-1200°C je 4 Stunden geglüht.

Wir fanden bei 1050°C ein beginnendes leichtes Sintern, wobei die Splitter leicht aneinander klebten. Doch zerfiel der Körnerhaufen bei leichter Berührung.

Erst bei 1080°C und längerer Glühzeit (über 4 Stunden hinaus) verstärkte sich das Aneinanderbacken, so daß die Splitter nach dem Erkalten kleben blieben.
Dies Verhalten blieb bis kurz vor 1200°C bestehen. Beim Überschreiten von 1200°C sackten die Splitterhaufen haltlos zusammen.

2.) In einem Tiegelversuch wurde die Grudeasche der schwach reduzierenden Atmosphäre des Kohlegrießofens bei Temperaturen von 1000 1250°C,4 Stunden lang ausgesetzt. Dabei ergab sich folgendes:

a) bei 1000°C. Die Masse bildet ein dunkelbraunes Pulver in welchem sich Teilschmelzen in ganz geringer Menge (Bildung kleiner Klümpchen) finden.
b) bei 1100°C. Die Teilschmelzen bilden kleine Schollen, welche beim Berühren in körniges Gut zerfallen. Sie treten in größerer Zahl auf. Die übrige Masse bleibt pulverig und ist dunkelbraun.
c) bei 1200°C. Die Masse ist zu einem Kuchen zusammen gesintert. Beim Umrühren im heißen Zustande zeigt sie sich krümelig und backt dann langsam wieder zusammen. Die Farbe ist dunkelgrau.
d) bei 1250°C. Die Masse bildet einen zähen Schmelzfluß der sich an die Rührstange anwickelt. Nach dem Erkalten ist er dunkelgrau und schwach porös. Er ähnelt damit der uns übergebenen Probe.

Der Tropfpunkt der Asche liegt zwischen 1300 und 1410°C. Der Segerkegelschmelzpunkt liegt bei Sk 6- Sk 8 = 1200-1250°C.

Die Versuche lassen erkennen, daß der Erweichungsbereich der Schlacke und Asche sich über einen Temperaturbereich von etwa 1050 bis 1250°C erstreckt.

In diesem Bereiche schmelzen zunächst die einzelnen Bestandteile der Asche (Teilschmelzen) um dann bei 1250°C in eine Gesamtschmelze überzugehen. Die Versuche zeigen, daß die Betriebstemperatur im Generator, die zur Schlackenbildung führt, sich um 1200-1250°C bewegt.

Als sehr wichtige Tatsache ist festzuhalten, daß die Bildung der Teilschmelzen sich bei der Schlacke aus dem Generator bei einer um etwa 100°C niedrigeren Temperatur vollzieht als bei der im Drehrohrofen bei 700°C gewonnenen Grudeasche. Bei der Bildung der Gesamtschmelze wird der Temperaturunterschied zwischen Schlacke und Asche kleiner. Diese Feststellung bezieht sich auf die Untersuchung der thermischen Verhältnisse in schwach reduzierender Atmosphäre während der 4 Stunden.

Es ist nun eine bekannte Tatsache, daß die Dissoziation des Gipses in reduzierender Atmosphäre bereits bei 1100°, in oxydierender Atmosphäre jedoch erst bei 1350°C beginnt. Dieser Hinweis gewinnt in Verbindung mit dem oben bereits hervorgehobenen Analysenunterschied zwischen Grudeasche und Generatorschlacke an Bedeutung. Auch der teilweise blasige Zustand des Schlackenbrockens ist durch das entweichende SO_3-Gas bedingt.

Die Temperatur für die Bildung der Teilschmelzen und der Gesamtschmelze ist vom Grad der Dissozierung des Gipses in der Asche abhängig. Da die reduzierende Atmosphäre im Generatorbetrieb etwas Zwangsläufiges und Unabänderliches darstellt, kann bei Aufrechterhaltung der bisherigen Betriebstemperaturen im Verschlackungsbereiche die Verschlackung bzw. die Bildung großer Schlackenbrocken nur dadurch gemildert werden, daß durch geeignete Maßnahmen alles getan wird, um die Asche sofort aus dem hohen Temperaturfelde auszutragen, um dadurch zu verhindern, daß die bei etwa 1200°C noch krümelige Asche mit zunehmender Dissoziation des Gipses bei der gleichen Temperatur in eine Schmelze übergeht. Sollten diese Maßnahmen zu unüberwindlichen Schwierigkeiten führen, so könnte nur die Erniedrigung der Temperatur in der Aschenansammlung auf etwa 1100° zur Behebung der Betriebsschwierigkeiten führen.

Materialprüfungsbetrieb Me 175
Laboratorium f. Baustoffprüfung

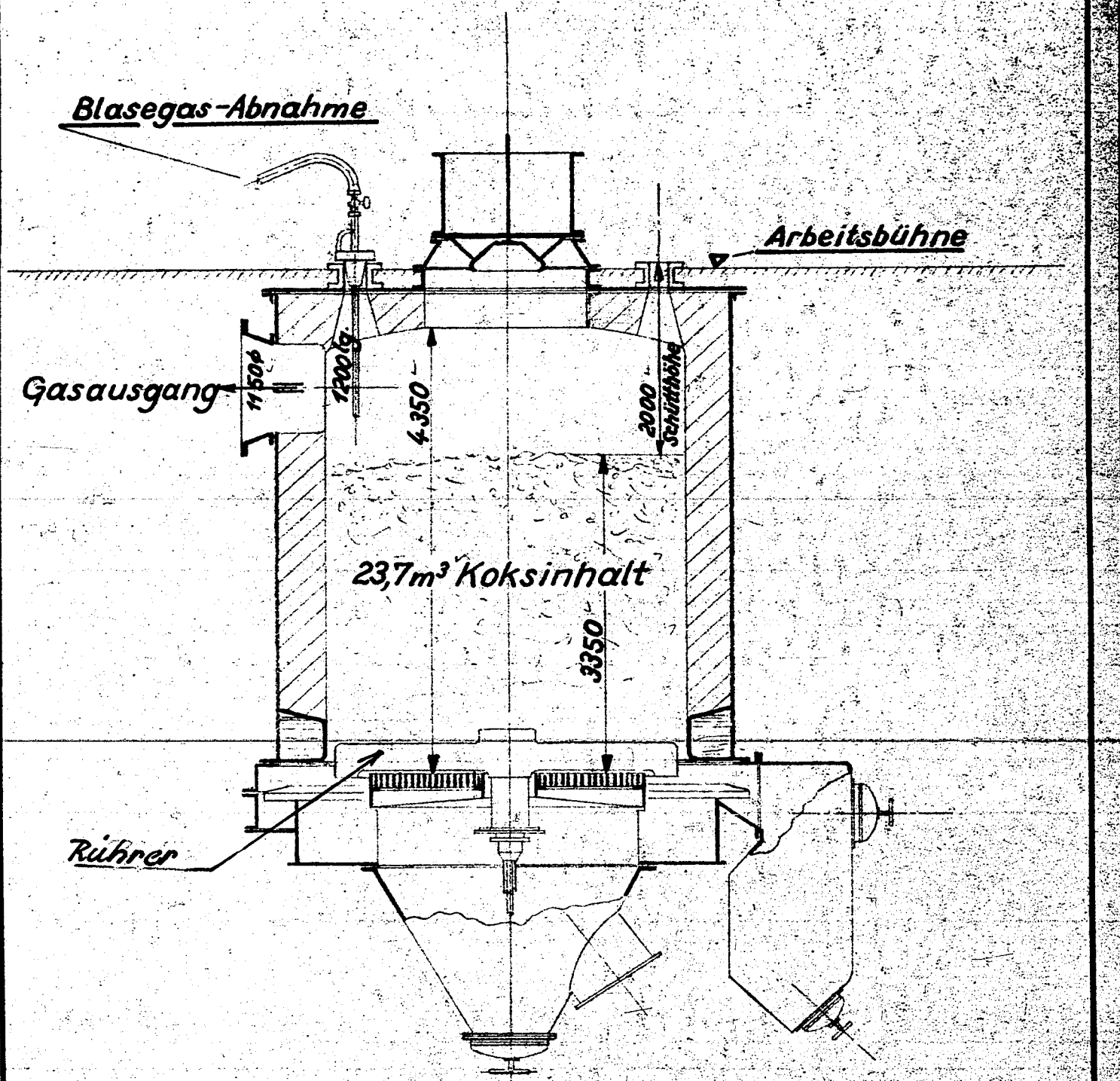
Anlage:
1 schematische Darstellung.

Verteiler:
Gasfabrik, Herrn Dr. Haller, 2 x
Herrn Obering. Sabel, 1 x
B.T.A., Feu 1 x
Herrn Obering. Gönninger 1 x
Akten.

~~14000135~~

Auftrag: V. 4335/40

Anlage 1.



Ammoniakwerk Merseburg G. m. b. H.	Schema Brassertgenerator	M 3472 – 16

DIN-Format A 4

13

Ammoniakwerk Merseburg G. m. b. H.
Me 38/M 3472 — 16

1894/

Bag 3041

Target № 30/4.02

1700001900

15

Leuna

(I. G. Farben)

466

v. Thiel.

Unters. über die Herstellung eines feuerfesten Baustoffes aus zerkleinerter Chromschlacke von Bitterfelder-Elektron-Ofen

601 0222

150000192

Es besteht Veranlassung, auf die **Rundschreiben der Werksleitung** vom 21. 5. 31 u. 13. 7. 31 betr. Spionageabwehr hinzuweisen und insbesondere darauf aufmerksam zu machen, daß

Berichte

1. nur gegen **persönliche Empfangsbescheinigung** ausgeliehen werden,
2. vom Entleiher ohne Wissen der HBS **nicht weitergegeben** werden dürfen mit Ausnahme der Berichte, welche an Betriebe zum Verbleib abgegeben wurden,
3. **streng vertraulichen Charakter** haben und daher **stets unter Verschluß** aufzubewahren sind,
4. nur im **verschlossenen Umschlag** befördert werden dürfen und
5. **nur durch die HBS vervielfältigt** werden, soweit es sich nicht um betriebseigene Berichte handelt.
   Vervielfältigungen sind auf das unumgänglich notwendige Maß zu beschränken.

Haupt-Berichte-Sammlung
Referate-Büro Tel. 9461.

3287-3M-386

Labor.- Bericht ~~Mitteilung~~ Me.

(Gr. II a)

Nr. 466 vom 18.3.1936

150000194

Referatsleiter

18.3.1936 Ste.

3041 - 30/4.02 - 15

Wy/van Th.

Auftr.Nr. Fe 2872 (34) u. Fe 1272 (35).

Untersuchung

über die Herstellung eines feuerfesten Baustoffes aus zerkleinerter Chromschlacke von Bitterfeld, Elektron-Nord.

A. Allgemeines und Aufgabe.

Gelegentlich einer Sitzung der Baustoff-Unterkommission in Bitterfeld am 11. April 1935 wurde bei der Besichtigung des Werkes eine Chromschlacke gezeigt, für die eine entsprechende Verwertung gesucht wird. Als Durchschnittsanalyse wurden von Bitterfeld folgende Werte angegeben:

Cr_2O_3	=	9,0 %
SiO_2	=	1,0 %
Fe_2O_3	=	2,5 %
Al_2O_3	=	87,0 %
CaO	=	Spuren
MgO	=	0,5 % .

Die Zusammensetzung der Schlacke ließ auf hohe Feuerfestigkeit schließen, so daß in dieser Richtung die Versuche angesetzt werden konnten. Zur Orientierung über die praktischen thermischen Anwendungsmöglichkeiten wurde zunächst die Beständigkeit der Schlacke im kompakten Zustande bei hohen Temperaturen unter einer Last von 2 kg/cm² bestimmt. Bei 1620° war noch keinerlei Erweichungserscheinung festzustellen [1]. Damit ragt die Schlacke beträchtlich über die hochfeuerbeständigen Baustoffe hinaus und liegt im Vergleichsbereich mit dem ebenfalls aus dem Schmelzfluß gewonnenen höchstfeuerbeständigen Baustoff „Siemensit", dessen Hauptbestandteile die Oxyde des Chroms, Aluminiums und Magnesiums sind. Über „Siemensit" sind genauere Angaben in der Tonindustrie-Zeitung, Jahrgang 1932, S. 1125 und 1147, enthalten. Dort ist darauf hingewiesen, daß zwar die Schlacke in ihrem kompakten Zustande überaus günstige feuerfest-

[1] Die zur Verfügung stehende Apparatur gestattete leider nicht eine Erhöhung der Prüftemperatur.

Eigenschaften zeigt, jedoch besaßen die Erzeugnisse, für die die Schlacke als Magerungsstoff zur Herstellung keramischer Formkörper benutzt wurde, nur verhältnismäßig geringe Feuerfestigkeit und insbesondere niedrige Druckfeuerbeständigkeit. Aus der Schlacke wurden daher in erster Linie aus dem Schmelzfluß gegossene große, unhandliche und schwer bearbeitbare Steine hergestellt. Da dieses Verfahren durch Patente geschützt ist, wurde trotz der ungünstigen Feststellungen mit der zerkleinerten Siemensit-Schlacke versucht, aus der zerkleinerten Chromschlacke mit Hilfe eines Bindemittels einen formbaren höchstfeuerbeständigen Baustoff herzustellen, da die Formbarkeit stets als Vorteil anzusprechen ist.

Während die Schmelzbarkeit eines bestimmten Mehrstoffgemisches als gegeben angesehen werden kann, ist das physikalische Verhalten eines solchen Gemisches durch das Brennen und durch das Herstellungsverfahren des Formkörpers stark zu beeinflussen. Der schwächste Punkt bei der Gesamtbeurteilung eines feuerfesten Baustoffes war stets das Bindemittel, so daß man dort, wo man besonders dichte und maßhaltige Steine erzeugen wollte, nach einer Verarbeitung mit möglichst wenig Bindeton strebte. Z.B. gelang es nach dem S. u. G.-Verfahren, den Bindetonanteil bei Schamottesteinen bis auf 5 % zu verringern, wobei man durch Zusatz eines Elektrolyten zunächst eine kolloidale Lösung des Tones vornahm, um infolge günstigerer Benetzungsverhältnisse eine weitgehendste Verteilung des geringen Tonanteiles zu sichern. Das Kennzeichen dieser Herstellungsverfahren beruhte in erster Linie darauf, durch möglichst geringe Mengen Bindeton hohe Maßhaltigkeit und Dichte zu erzielen; auch die Druckfeuerbeständigkeit der Schamottesteine erreichte hierbei eine geringe Erhöhung.

Die Verkaufsgemeinschaft Silag-Silamit, Köln-Mülheim, bezeichnet es in ihrem Prospekt über „Alu-Dur"-Steine als ein Vorteil ihres Herstellungsverfahrens, das patentiert ist, daß „der Bindeton ohne Zusätze von Alkalien oder sonstigen, die Feuerfestigkeit herabsetzenden chemischen Verbindungen in eine dem kolloidalen Zustande gleichwertige Form" gebracht wurde. Hier wird sogar ein Elektrolyt als Hindernis erklärt, die höchstmögliche Feuerfestigkeit der Grundstoffe auszunützen.

Bei hochtonerdehaltigen Steinen des Handels, bei denen die Tonerde nicht als Sillimanit oder Mullit vorlag, sondern in Form von Korund zugesetzt wurde, war bisher auch bei 90 % Tonerdegehalten (z.B. Alumit 90 von Elönne) keine überragende Erhöhung der Druckfeuerbeständigkeiten gegenüber Schamottesteinen festzustellen.

So war also noch die Frage zu klären, ob es möglich ist, höchstfeuerbeständige Stoffe, wie z.B. die vorliegende Chromschlacke, durch einen Elek-

trolyten so anzuregen, daß nicht mehr das Bindemittel für sich die physikalischen Eigenschaften bei hohen Temperaturen bestimmt, sondern daß das Bindemittel und das Magerungsmittel bei normalen Brenntemperaturen durch den Elektrolyten in einen gegenseitig bedingten Zustand versetzt werden, der die thermische Gebrauchsfähigkeit, d.h. insbesondere die Druckfeuerbeständigkeit, um ein beträchtliches Maß erhöht.

B.) Versuchsausführung.

a) Magerungsmittel.

Zur Durchführung der Versuche wurde die Chromschlacke zerkleinert in die Kornfraktionen 0 - 0,22 mm, 0,22 - 1 mm und 1 - 5 mm; diese Kornfraktionen wurden in dem auf Anlage 2 angegebenen Verhältnis als Magerungsmittel verwendet. Zum Vergleich wurde Schamotte in demselben Korngrößenverhältnis miteinbezogen.

b) Bindemittel.

Zur Bindung und Verformung der Magerungsmittel wurde einerseits eine Mischung aus Tonerdehydrat und Kaolin, andernseits normaler Bindeton verwendet. Das Tonerdehydrat war aus Aluminiumchlorid als Ausgangsprodukt gewonnen worden. Der Bindeton wurde einer laufenden Lieferung der Goesener Tonwerke an das Ammoniakwerk Merseburg vom April 1935 (Fe 1318/35) entnommen. Der Segerkegelschmelzpunkt betrug Sk 32/33 (1720°).

c) Elektrolyt.

Als Elektrolyt wurde einer Versuchsreihe 64 %ige Salpetersäure und der anderen Versuchsreihe 5 %ige Natronlauge zugesetzt.

d) Herstellung der Versuchskörper:

1.) Die erste Versuchsreihe mit der Tonerdehydrat-Kaolin-Bindung wurde derart hergestellt, daß zunächst 1 Gewichtsteil Tonerdehydrat und 1 Gewichtsteil Kaolin und 2 Gewichtsteile Wasser gemischt und gut durchgearbeitet wurden. Dieser Mischung wurden 30 % Salpetersäure (64 %ig) bezw. 30 % Natronlauge (5 %ig) - bezogen auf das Tonerdehydrat-Kaolin-Gemenge - zugesetzt und dann unter gründlichem Durcharbeiten soviel Magerungsmittel zugegeben, daß eine erdfeuchte Konsistenz entstand. Bindeton und Magerungsmittel wurden im Verhältnis 1 : 8 trocken gemischt und dann Wasser einschließlich Elektrolyt bis zur erdfeuchten Konsistenz zugegeben. Aus dieser Mischung wurden mit einem Stampfgerät von Hand Probekörper 10,0 x 4,0 x 3,0 cm eingestampft.

2.) Die zweite Versuchsreihe wurde genau wie unter 1.) beschrieben

hergestellt, jedoch wurden nur 15 % Salpetersäure bezw. Natronlauge zugesetzt.

3.) Die dritte Versuchsreihe wurde ohne Salpetersäure bezw. Natronlauge hergestellt, um im Vergleichswege die Wirkung der Elektrolyten kennenzulernen.

e) Brennversuche:

Von jeder der drei Versuchsreihen wurde jeweils ein Teil der Probekörper bei 450°, 1000° und 1300° 8 Stunden lang gebrannt, nachdem sie vorher 7 Tage an der Luft getrocknet waren.

f) Prüfungsumfang:

Die Prüfung erstreckte sich auf die Feststellung

1.) der Kaltdruckfestigkeiten,
2.) des Nachschwindens bezw. Nachwachsens durch das Brennen,
3.) Druckfeuerbeständigkeiten bei 2 kg/qcm Belastung.

Während das Nachschwinden bezw. Nachwachsen durch das Brennen an den Probekörpern 10,0 x 4,0 x 3,0 cm festgestellt wurde, wurden zur Bestimmung der Druckfeuerbeständigkeit und Kaltdruckfestigkeit nach Feststellung der durch das Brennen herbeigeführten Längenänderungen aus den Probekörpern kleinere Proben von 30 x 30 x 30 mm herausgeschnitten. Bei der Prüfung der Druckfeuerbeständigkeit wurde im wesentlichen nach dem Normenblatt DIN 1064 verfahren; abgesehen von der anderen Form und Größe der Probekörper wurde nur die Erweichungs-Endtemperatur (te-Wert) abweichend bereits bei einer Zusammendrückung um 10 mm festgehalten. Die Bestimmungen wurden an den bei 450° und 1300° gebrannten Probekörpern vorgenommen.

C.) Ergebnisse.

Da die Mischungsverhältnisse nach Gewichtsteilen angegeben sind, ist beim Vergleich der Schamottemischungen mit den Chromschlackemischungen das Raumgewicht der Korngemenge zu berücksichtigen. Es ergaben sich folgende Werte:

Korngröße in mm	Chromschlacke kg/l	Schamotte kg/l
0 - 0,22	2,27	1,40
0,22 - 1	1,96	1,19
1 - 5	1,73	1,10
0 - 5 *	2,48	1,51

* Die prozentuale Korngrößenaufteilung ist auf den Anlagen 1-2 angegeben.

Da die Probekörper alle nach einer Art Trockenstampfverfahren hergestellt worden waren, konnten alle Proben sofort nach der Herstellung ausgeformt worden. Die Verfestigung war nach der 7-tägigen Lufttrocknung genügend groß, um die Probekörper mit der Hand für die Brennversuche in den Ofen einbauen zu können. Die Bindeton-Proben hatten nach der Lufttrocknung im Vergleich zu den Tonerdehydrat-Kaolin-Proben eine höhere Kantenfestigkeit sowohl im Falle der Verwendung der Chromschlacke als auch der Schamotte als Magerungsmittel, dagegen zeigte sich unter den Tonerdehydrat-Kaolin-Proben insofern ein Unterschied, als die Proben mit Chromschlacke nach der Lufttrocknung fester waren als die mit Schamotte. Dieser Unterschied zeigte sich bei den Bindeton-Proben nicht.

Während die Verfestigungsunterschiede nach der 7-tägigen Lufttrocknung rein gefühlsmäßig festgestellt wurden, wurden die Kaltdruckfestigkeiten in Abhängigkeit von der Brenntemperatur in der Druckpresse zahlenmäßig ermittelt. Die Werte sind auf den Anlagen 4 und 5 graphisch aufgetragen. Grundsätzlich ist zu erkennen, daß bei den Tonerdehydrat-Kaolin-Mischungen die Kaltdruckfestigkeiten der Proben mit dem sauren Elektrolyten höher sind als mit dem alkalischen Elektrolyten bezw. ohne Zusatz, dagegen ist das Verhältnis bei den Bindetonproben zu Gunsten des alkalischen Elektrolyten umgedreht. Im übrigen liegen die Kaltdruckfestigkeiten der Bindetonproben höher als bei den Tonerdehydrat-Kaolin-Proben; besonders günstig sind die Kaltdruckfestigkeiten der Bindeton-Chromschlacke-Proben mit alkalischem Elektrolyten.

Das Nachschwinden und Nachwachsen durch das Brennen zeigt bei den mit Schamotte gemagerten Proben einen ganz anderen Verlauf mit zunehmender Brenntemperatur als bei den mit Chromschlacke gemagerten Proben. Hierbei ist es gleichgültig, ob die Probekörper mit Tonerdehydrat-Kaolin oder mit Bindeton gebunden sind. Die mit Schamotte gemagerten Proben zeigen mit der Brenntemperatur zunehmendes Nachschwinden, das bei 1300° bei den mit Tonerdehydrat-Kaolin gebundenen Proben 0,90 - 1,14 % und bei den mit Bindeton gebundenen Proben 0,49 - 1,16 % erreicht. Im Gegensatz hierzu wachsen die mit Chromschlacke hergestellten Proben bei der Brenntemperatur von 1300° verhältnismäßig stark. Bei der Betrachtung der auf Anlagen 6 und 7 graphisch aufgetragenen Ergebnisse zeigt sich ganz deutlich, daß bei den mit Chromschlacke gemagerten Proben sowohl der saure als auch der alkalische Elektrolyt bei einer Brenntemperatur von 1300° eine bleibende physikalische Veränderung der Probekörper bewirkt hat, da der zugehörige Wert der Mischung ohne Elektrolyt wesentlich kleiner ist. Dies trifft sowohl für die Chromschlacke-Proben mit Tonerdehydrat-Kaolin als auch für die mit Bindeton als Bindemittel zu.

150000199

Die Druckfeuerbeständigkeitsprüfung gibt insbesondere einen Einblick, inwieweit durch einen der gewählten Elektrolyten die thermische Gebrauchsfähigkeit der untersuchten Mischungen erhöht wird. Die Ergebnisse der Druckfeuerbeständigkeitsprüfung sind auf den Anlagen 8 und 9 graphisch zusammengestellt. Bei sämtlichen Mischungen ist ganz einheitlich festzustellen, daß durch das Brennen bei 1300° die ta-Werte, d.h. die Temperaturen bei Beginn der Erweichung, erhöht wurden gegenüber dem durch das Brennen bei 450° erreichten Zustand.

Bei den Mischungen mit Tonerdehydrat-Kaolin als Bindemittel und Schamotte als Magerungsmittel wirkt sich die höhere Brenntemperatur auch auf den te-Wert, d.h. auf den Temperaturwert nach dem Zusammensinken um 10 mm, merklich im günstigen Sinne aus. Bei den Mischungen aus Bindeton und Schamotte kann bei entsprechend hoher Brenntemperatur und einem alkalischen Elektrolyten als Zusatz der ta-Wert erhöht werden, während bei den Mischungen aus Tonerdehydrat-Kaolin und Schamotte zur Erzielung der gleichen Verbesserung ein saurer Elektrolyt zugesetzt werden muß. Bei den untersuchten Mischungen mit Schamotte als Magerungsmittel war jedoch diese Verbesserung nicht sehr überragend. Es scheint aber, daß bei Verwendung von Tonerdehydrat-Kaolin und Schamotte und einem sauren Elektrolyt ein höherwertigeres Produkt als die handelsüblichen Schamottesteine hergestellt werden kann.

Bei den mit Chromschlacke gemagerten Mischungen ist der Einfluß eines Elektrolyten auf die Druckfeuerbeständigkeitswerte überraschend groß. Es war nicht möglich, die gesamte Differenz der Mischungen mit und ohne Elektrolyt quantitativ zu erfassen, da die absoluten Werte der maßgebenden Mischungen mit einem Elektrolyten höher liegen als mit der zur Verfügung stehenden Apparatur thermisch erfaßt werden konnte. Bei den mit Tonerdehydrat-Kaolin hergestellten Mischungen führt der saure Elektrolyt zu den höchsten Werten, während diese optimalen Ergebnisse bei den Mischungen mit Bindeton durch den alkalischen Elektrolyten erzielt werden. Es liegt also in dieser Hinsicht eine mit den Schamotte-Mischungen gleichlaufende Tendenz vor. Derart hohe ta-Werte wie bei den günstigsten Chromschlacke-Mischungen wurden bisher bei keinem hochtonerdehaltigen Stein des Handels, der mit Hilfe eines Bindemittels verformt wurde, erreicht. Z.B. wurden an dem 90 % Tonerde enthaltenden Alumit 90 von Klönne, der einer Lieferung vom Juli 1934 entnommen worden war (Fe 2135/34), ta DIN = 1410° und te = 1510° gemessen. Überhaupt sind höhere als die an den Chromschlacke-Mischungen gemessenen Temperaturen für den Beginn der Erweichung bei feuerfesten Steinen des Handels nur bei dem Emgeo-Stein (Magnesitstein) der Didier-Werke und bei dem Sinterkorundstein des Siemens-Konzerns bekannt ge-

worden. Der ta-Wert für diese Steine soll bei 1700° liegen. Für die Chromschlackensteine kann nur ausgesagt werden, daß die Vergleichstemperaturen mindestens bei 1600° liegen. Ob die höchsterreichbaren ta-Werte für Chromschlackensteine, die mit Hilfe eines Bindemittels hergestellt werden, 1700° erreichen oder gar überschreiten, bedarf noch der Klärung.

D.) Preise für feuerfeste Spezialsteine des Handels.

Um einen Anhaltspunkt für wirtschaftliche Überlegungen zu haben, wurden im folgenden die in Angeboten an das Ammoniakwerk Merseburg enthaltenen Preise für feuerfeste Spezialsteine zusammengestellt. Durch die Angabe der Hauptbestandteile sind die Steine näher gekennzeichnet.

Markenbezeichnung	Lieferfirma	Hauptbestandteile Al_2O_3 %	MgO %	Cr_2O_3 %	Preise pro t RM
1. Sillimanit	Koppers, Düsseldorf	65	-	-	290,-
2. Alumit 90	Klönne, Dortmund	90	-	-	550,-
3. Engeo	Didierw., Bonn	-	90	-	235,-
4. Siemensit a) gegossen b) keramisch verarbeitet	Friedr. Siemens AG, Berlin	35	25	30	400,- 300,-

Die Preise Ziff.1-3 verstehen sich frei Bahnhof Korbetha, Ziff.4a ab Schweden. Der Preis Ziff.4b wurde einem Aufsatz in „Stahl und Eisen" Heft 10/1935 über „Erfahrungen mit neuartigen hochfeuerfesten Steinen für Siemens-Martin-Oefen" entnommen und ist dort als ab Werk Duisburg geltend angegeben.

Zusammenfassung.

Bei der keramischen Verarbeitung hochfeuerfester Magerungsmittel war es bisher im allgemeinen nicht möglich, überragende feuerfeste Eigenschaften wie z.B. die Druckfeuerbeständigkeit des Magerungsmittels weitgehendst auszunutzen, da das an sich geringwertigere Bindemittel für diese Eigenschaft bestimmend war. In den letzten Jahren wurden durch eine Reihe von Verfahren Steine mit möglichst wenig Bindemittel hergestellt und dadurch ua. auch die thermische Gebrauchsfähigkeit, wenn auch nicht wesentlich, erhöht. Bei der keramischen Verarbeitung der Chromschlacke wurde festgestellt, daß durch einen dem Bindemittel angepaßten Elektrolyten die Chromschlacke derart angeregt werden kann, daß nicht mehr das Bindemittel für sich die physikalischen Eigenschaften bei hohen Temperaturen bestimmt, sondern daß das Bindemittel und

150000201

das Magerungsmittel (die Chromschlacke) bei normalen Brenntemperaturen durch den Elektrolyten in einen Zustand versetzt werden, der die thermische Gebrauchsfähigkeit, d.h. insbesondere die Druckfeuerbeständigkeit um ein beträchtliches Maß erhöht.

Im Hinblick auf die erreichbaren Qualitätseigenschaften von Chromschlackensteinen und auf die Preise des Marktes für hochtonerdehaltige feuerfeste Baustoffe erscheint die Verwertung der Chromschlacke als Magerungsmittel für feuerfeste Baustoffe empfehlenswert. Zur restlosen Klärung der Eigenschaftsfragen (Wärmeausdehnung, Temperaturwechselbeständigkeit, Schlackenbeständigkeit) sind weitere Versuche erforderlich.

Materialprüfungsbetrieb Me 175
Laboratorium f. Baustoffprüfung

ppa. Wy

Verteiler:

Amtsrat	einfach
E. T. A.	zweifach
Dr. G. Bitterlich, Elektrizitäts-Ges.	einfach
Herrn Dr. Lehmann Op	einfach
Herrn Dipl.-Ing. Voth	einfach
Patentabteilung	einfach
Patentbüro Dr.	
Patentabteilung Dr.	

Feuerfeste Baustoffe aus Tonerdehydrat, Kaolin und Ton als Bindemittel, Schamotte und Chromschlacke als Magerungsmittel.

Mischungen aus Tonerdehydrat, Kaolin und Schamotte als Zuschlag.

Bezeichnung der Proben	Mischungsanteile in Gew.-%					Nachschwinden nach einer 4-stündigen Glühung bei			Kaltdruckfestigkeit nach einer 4-stündigen Glühung bei			Druckfeuerbeständigkeit bei einer Belastung von 2 kg/qcm nach einer 4-stündigen Glühung bei					
	$Al(OH)_3$	Kaolin	HNO_3 64%ig	NaOH 5%ig	Schamotte	450° %	1000° %	1300° %	450° kg/cm²	1000° kg/cm²	1300° kg/cm²	450° ta Signal °C	1300° ta Signal °C	450° ta DIN °C	1300° ta DIN °C	450° te °C	130 te °C
P.2. A.I.a.2.a.	2,89	2,89	1,73	-	92,49	0,20	0,27	0,90	137,0	172,0	308,0	1260	1310	1310	1360	1550	157
P.2. A.I.a.2.b.	3,42	3,42	-	2,05	91,11	0,02	0,05	0,97	36,5	57,0	69,4	1080	1130	1180	1220	1410	151
P.2. A.I.a.2.c.	3,5	3,5	-	-	93,0	0,04	0,10	0,98	9,8	11,6	90,2	1050	1200	1160	1310	1450	156
P.3. A.I.b.2.a.	4,59	4,59	2,76	-	88,06	0,24	0,28	0,75	43,3	75,8	193,5	1120	1250	1240	1310	1510	154
P.3. A.I.b.2.b.	5,39	5,39	-	3,22	86,1	0,06	0,10	0,80	32,6	29,4	121,2	1020	1210	1120	1270	1500	154
P.3. A.I.b.2.c.	5,55	5,55	-	-	88,9	0,05	0,11	0,85	-	25,6	93,2	1000	1260	1090	1310	1490	157
P.3. A.I.a.2.a.I.	6,85	6,85	2,06	-	84,24	0,16	0,23	0,94	102,4	130,2	363,5	1070	1320	1210	1400	1470	155
P.3. A.I.a.2.b.I.	6,41	6,41	-	1,93	85,25	0,06	0,13	1,03	-	53,1	190,0	1050	1180	1190	1250	1490	156
P.3. A.I.a.2.c.I.	7,55	7,55	-	-	84,9	0,05	0,11	1,14	14,6	30,1	108,2	1050	1110	1140	1250	1470	155

Kornaufteilung der Schamotte.

Korngröße in mm	Anteil in Gewichts-% A.I.a	A.I.b. x
0 - 0,22	25	10
0,22 - 1,0	25	25
1 - 5	50	65

x Die Korngrößenaufteilung A.I.b. zeigte sich als nicht zweckmäßig und wurde daher für die Vergleiche außer Betracht gelassen.

150000202

Auftrag-Nr. Fo 2672 (34).

Feuerfeste Baustoffe aus Tonerdehydrat, Kaolin und [illegible]
Schamotte und Chromschlacke als Magerung. [illegible]

Mischungen mit Tonerdehydrat, Kaolin und Chromschlacke als Magerung																	
	Mischungsanteile in Gew.-%					Wachsen (+) bzw. Schwinden (-) einer vierstündigen Glühung bei			Kaltdruckfestigkeit nach einer vierstündigen Glühung bei			Feuerbeständigkeit bei einer Belastung von 2 kg/qcm nach einer vierstündigen Glühung bei					
Bezeichnung der Proben	$Al(OH)_3$	Kaolin	HNO_3 64%ig	NaOH 50%ig	Chromschlacke	450° %	1000° %	1300° %	450° kg/cm²	1000° kg/cm²	1300° kg/cm²	450° bei Segel °C	1300° bei Segel °C	450° bei DIN °C	1300° bei DIN °C	450° bei te °C	1300° bei te °C
P.3. C.a.2.a.	3,13	3,13	1,88	–	91,86	-0,02	0,08	+0,14	1[illegible]5	192,1	306,0	1470	1560	1570	1560	1600	> 1560
P.3. C.a.2.b.	3,07	3,07	–	1,84	92,02	-0,11	-0,10	+0,25		45,2	121,0	1350	1560	1410	> 1560	1440	> 1560
P.3. C.a.2.c.	4,54	4,54	–	–	90,92	-0,07	+0,01	+0,05		21,1	79,0	1230	1250	1290	1360	1320	1470
P.3. C.a.2.a.I.	3,09	3,09	0,93	–	92,89	-0,12	-0,10	+0,16	34,9	116,5	284,0	1510	1550	1570	> 1550	1590	> 1550
P.3. C.a.2.b.I.	3,35	3,35	–	1,00	92,30	-0,09	-0,11	+0,16	17,5	41,6	160,5	X.	1350	X.	1410	X.	1510

Kornaufteilung der Chromschlacke.

Korngröße in mm	Anteil in Gew.-%
0 - 0,22	25
0,22 - 1,0	25
1 - 5	50

X. Körper beim Einsetzen zerbrochen.

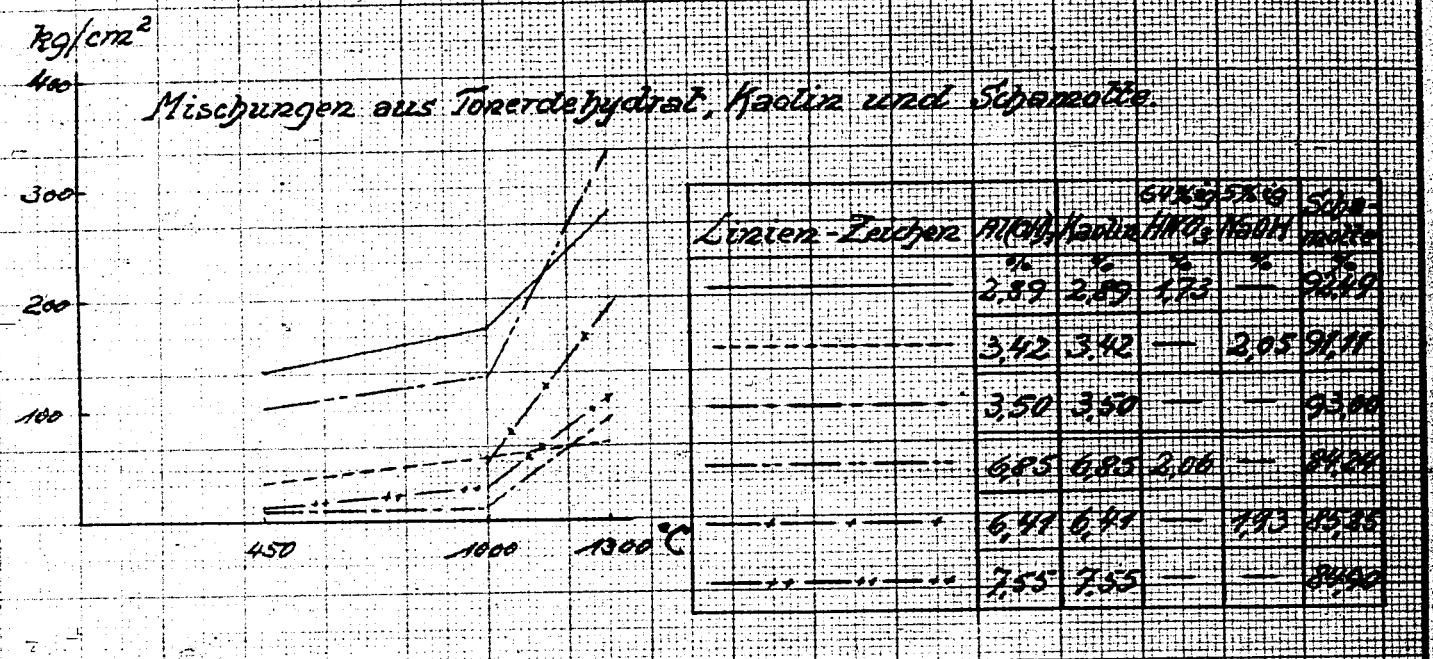
* Versuch beim angegebenen Temperaturpunkt abgebrochen, um eine thermische Überlastung der Apparatur zu vermeiden.

1500020

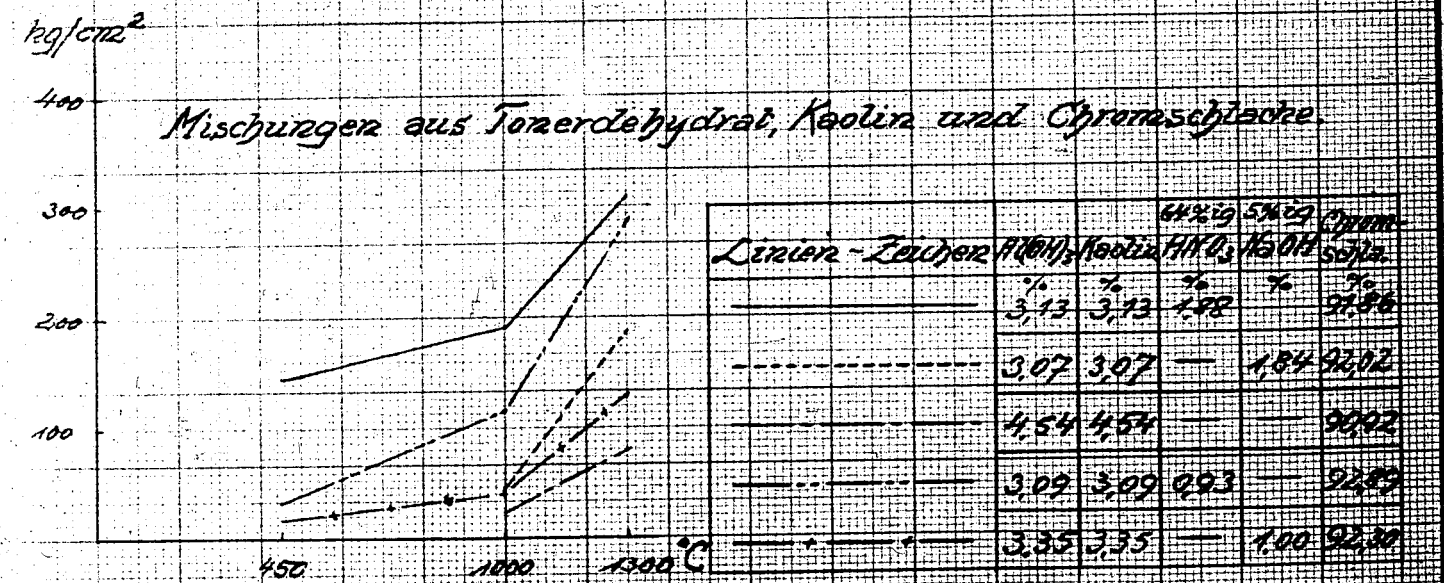
Auftrag Fa 2872/34

Anlage 4

Kaltdruckfestigkeiten in Abhängigkeit von der Brenntemperatur bei Zusätzen von Salpetersäure bezw. Natriumhydroxyd.



Linien-Zeichen	$Al(OH)_3$ %	Kaolin %	64%ig HNO_3 %	5%ig NaOH %	Schamotte %
———	2,59	2,89	1,73	—	92,49
- - - - - - - -	3,42	3,42	—	2,05	91,11
——— - - ———	3,50	3,50	—	—	93,00
——— · ———	6,85	6,85	2,06	—	84,44
——— + ——— + ———	6,41	6,41	—	1,93	85,33
——— ·· ——— ·· ———	7,55	7,55	—	—	84,90

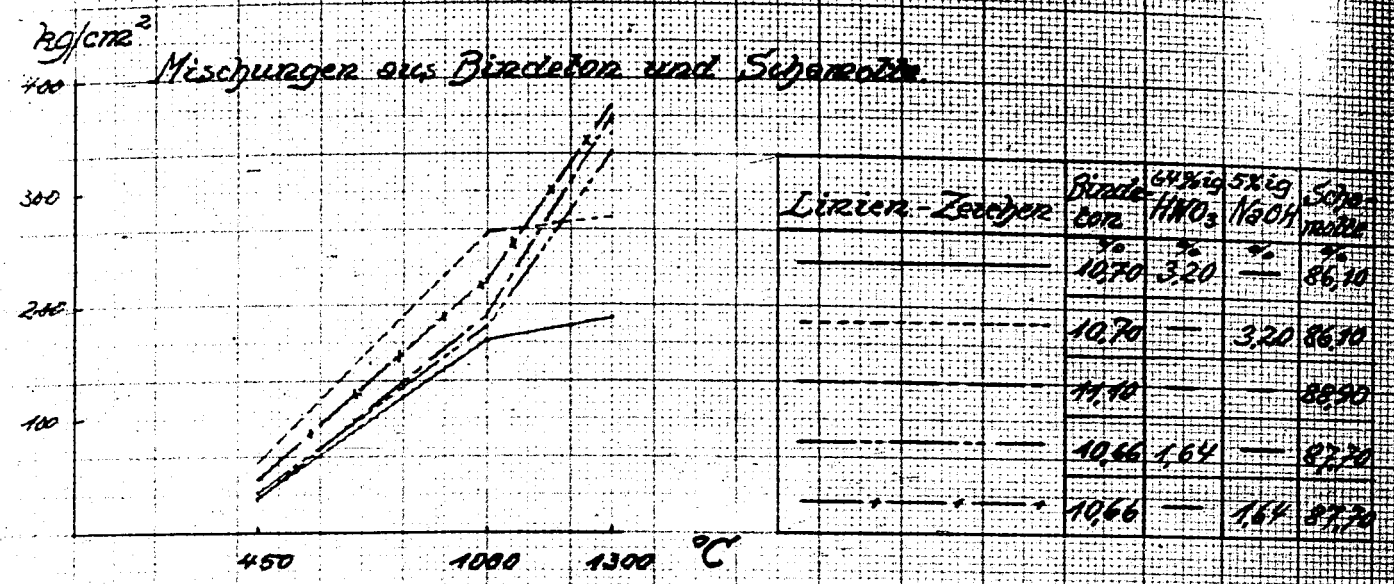


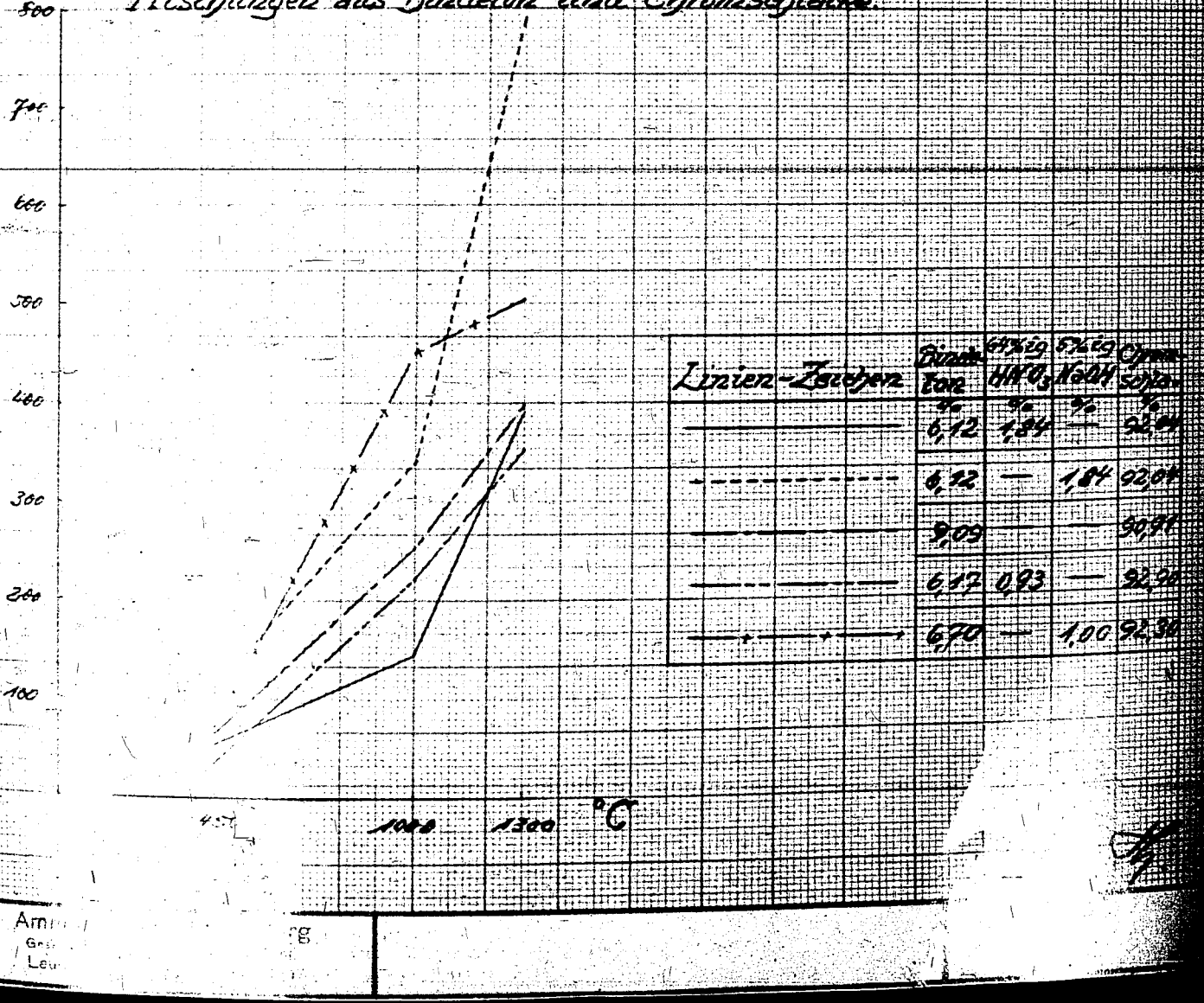
Linien-Zeichen	$Al(OH)_3$ %	Kaolin %	64%ig HNO_3 %	5%ig NaOH %	Chrom-schlacke %
———	3,13	3,13	1,88	—	91,86
- - - - - - - -	3,07	3,07	—	1,84	92,02
——— - - ———	4,54	4,54	—	—	90,92
——— · ———	3,09	3,09	0,93	—	92,89
——— + ——— + ———	3,35	3,35	—	1,00	92,30

Ammoniakwerk Merseburg
Gesellschaft mit beschränkter Haftung
Leuna-Werke (Kreis Merseburg)

Prüfstag Fe 257 2/36 1 300 0205 Anlage

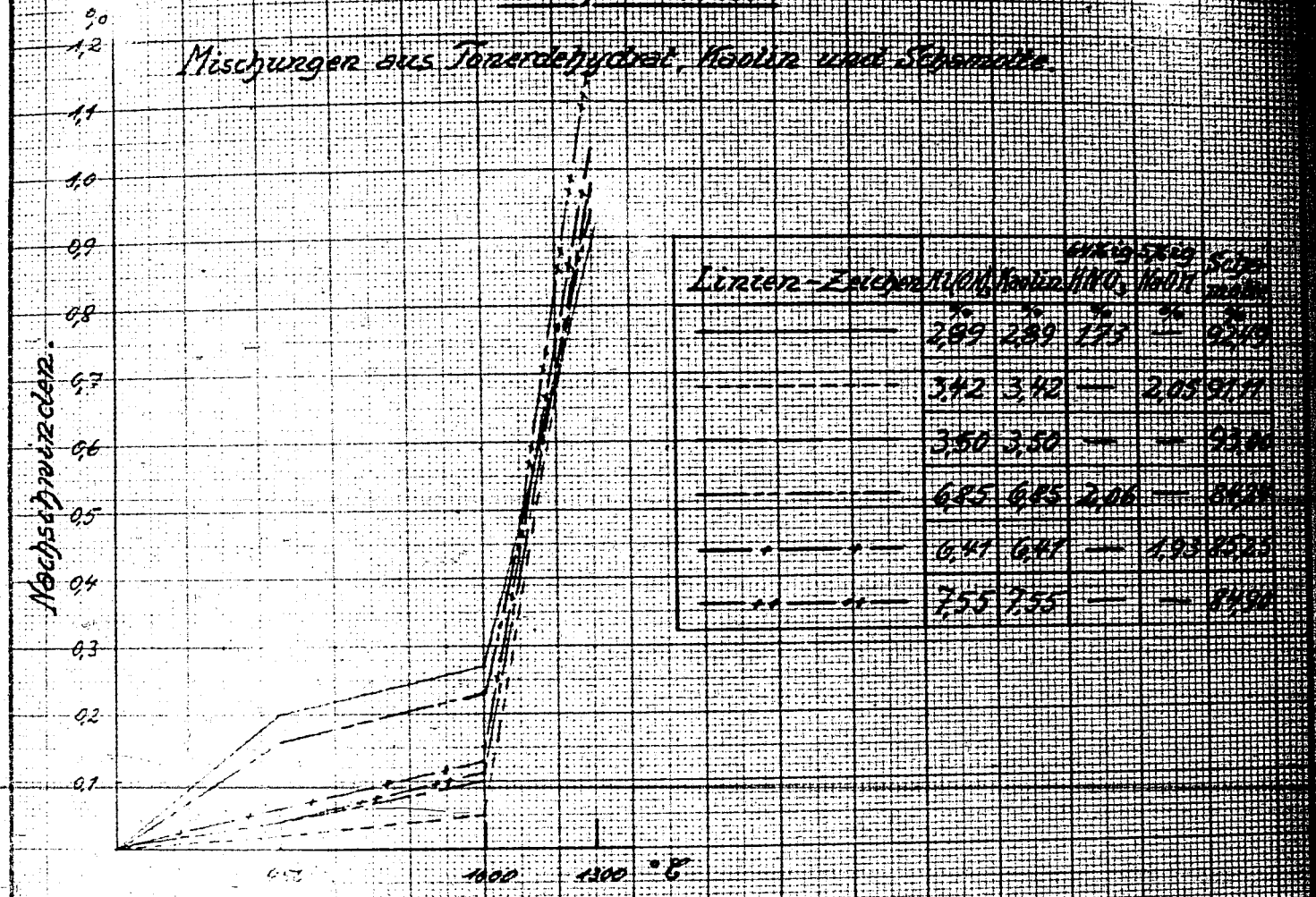
Kaltdruckfestigkeiten in Abhängigkeit von der Brenntemperatur bei Zusätzen von Salzsäure bezw. Natriumhydroxyd.





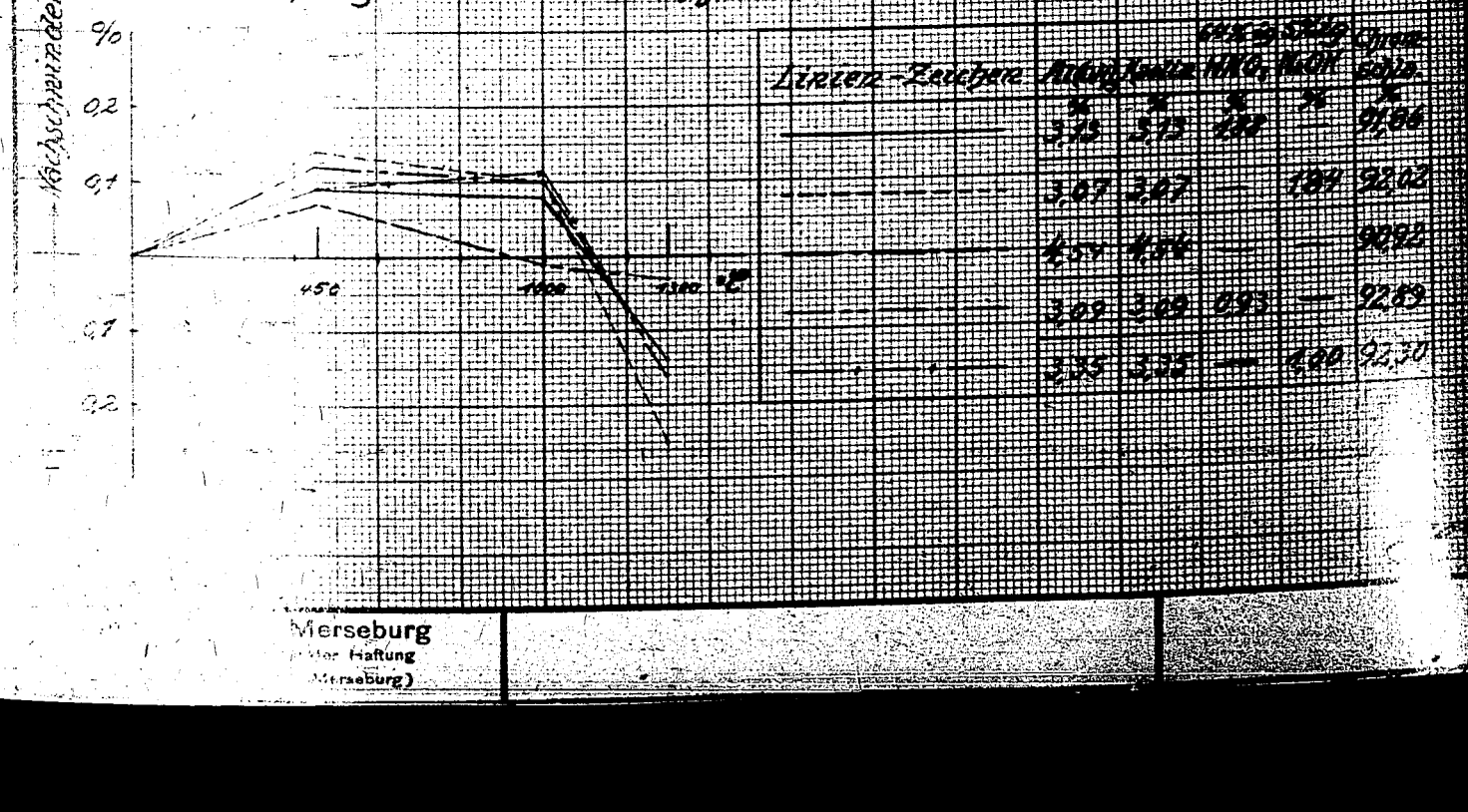
Nachschwindung und Nachwachsen in Abhängigkeit von der Brenntemperatur

Mischungen aus Tonerdehydrat, Kaolin und Steatit.



Linien-Zeichen	Mahlfeinheit %	Mahlfeinheit %	Mahlfeinheit %	Mahlfeinheit %	Brenn-Schwindung %
———	2,89	2,89	1,73	—	92,0
— — — —	3,42	3,42	—	2,05	91,8
———	3,50	3,50	—	—	92,4
———	6,85	6,85	2,06	—	84,8
— • — • —	6,41	6,41	—	1,93	85,2
— •• — •• —	7,55	7,55	—	—	84,9

Mischungen aus Tonerdehydrat, Kaolin und Chromasitplatte.



Linien-Zeichen	Mahlfeinheit %	Mahlfeinheit %	Mahlfeinheit %	Mahlfeinheit %	Brenn-Schwindung %
———	3,15	3,12	2,02	—	91,84
- - - - -	3,07	3,07	—	1,87	92,02
———	4,54	4,54	—	—	90,22
———	3,09	3,09	0,93	—	92,89
— • — • —	3,35	3,35	—	1,00	92,30

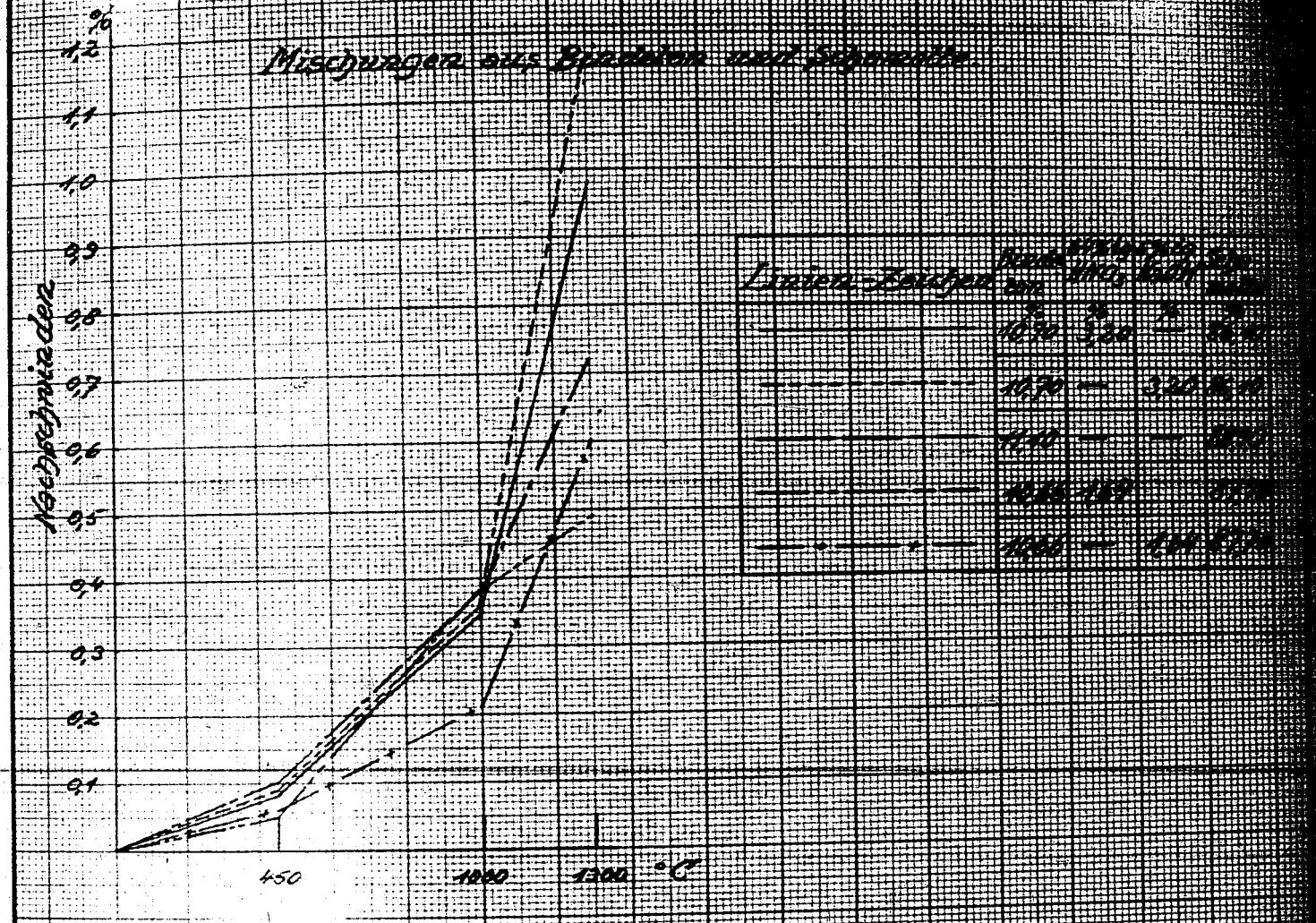
Merseburg
...ter Haftung
...erseburg)

Blatt 4 - 2572/58

07

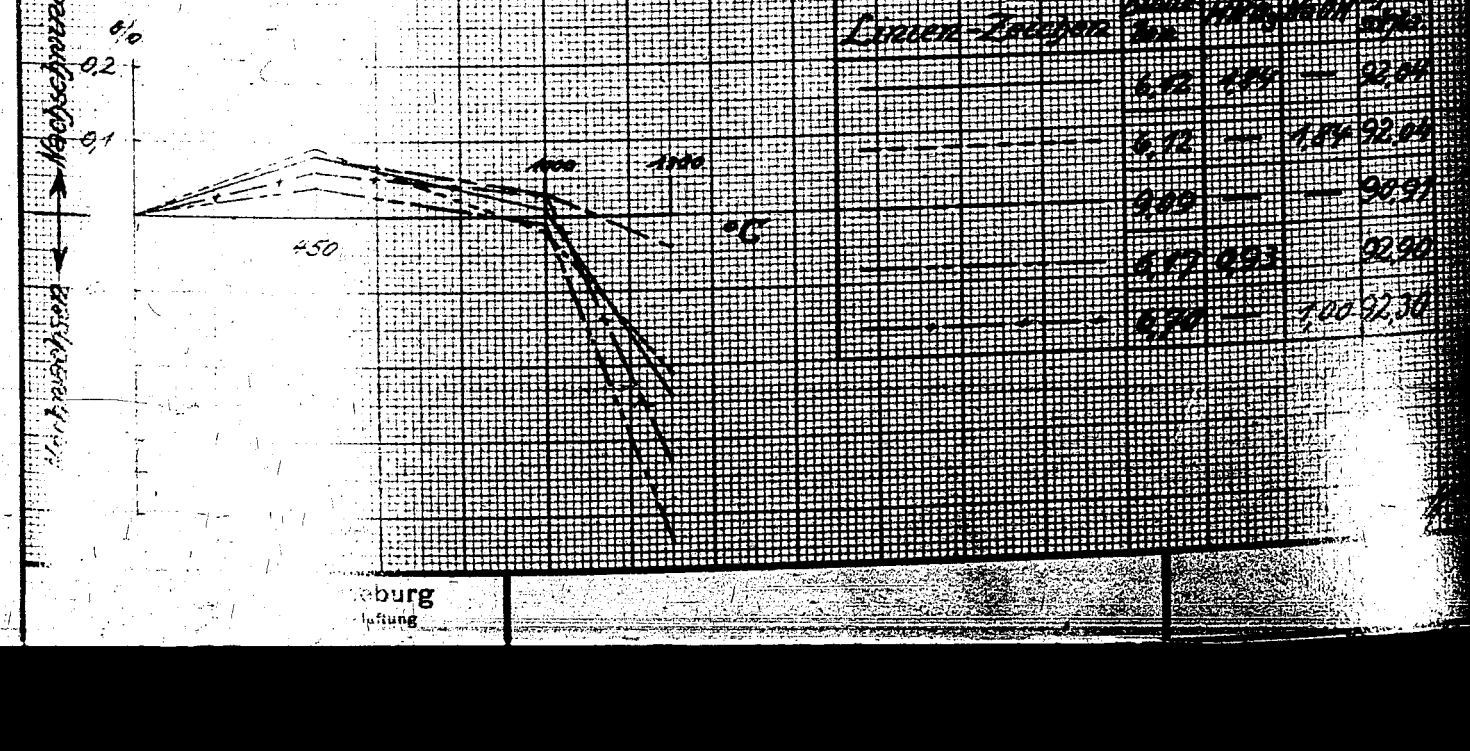
Schrumpfung und Festigkeit in Abhängigkeit von der Brenntemperatur

Mischungen aus Bredeton und Schamotte



Linien-Zeichen	Bredeton %	Schamotte %	Porosität %
———	10	90	26,7
- - - - -	20	80	25,6
———	40	60	24,0
———	60	40	22,4
——·—·——	80	20	21,0

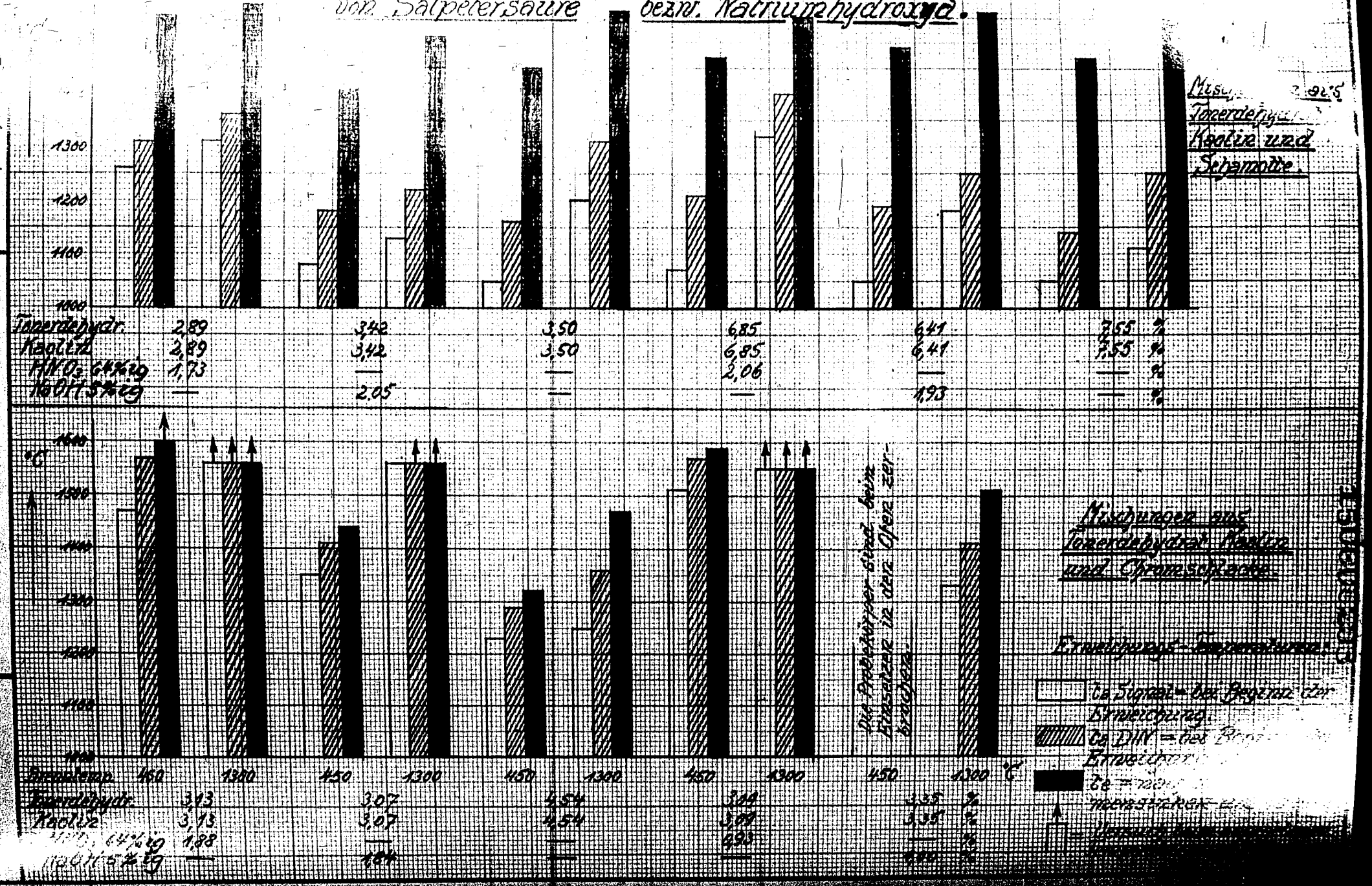
Mischungen aus Bredeton und Chromerz



Linien-Zeichen	Bredeton %	Chromerz %	Porosität %
———	6,12	94	92,04
- - - - -	6,12	194	92,04
———	9,09	291	90,91
———	4,97	493	92,90
——·—·——	6,20	400	92,30

Anlage 8

Die Feuerbeständigkeit in Abhängigkeit von der Brenntemperatur bei Zusatz von Salpetersäure bezw. Natriumhydroxyd.



Messungen aus Tonerdehydrat Kaolin und Chromschlacke.

Brennkegel-Temperaturen:

Bei Zusatz der Prozente der Erweichung

Bei DIN = bei Prozente der Erweichung

Be = bei Prozente der Erweichung

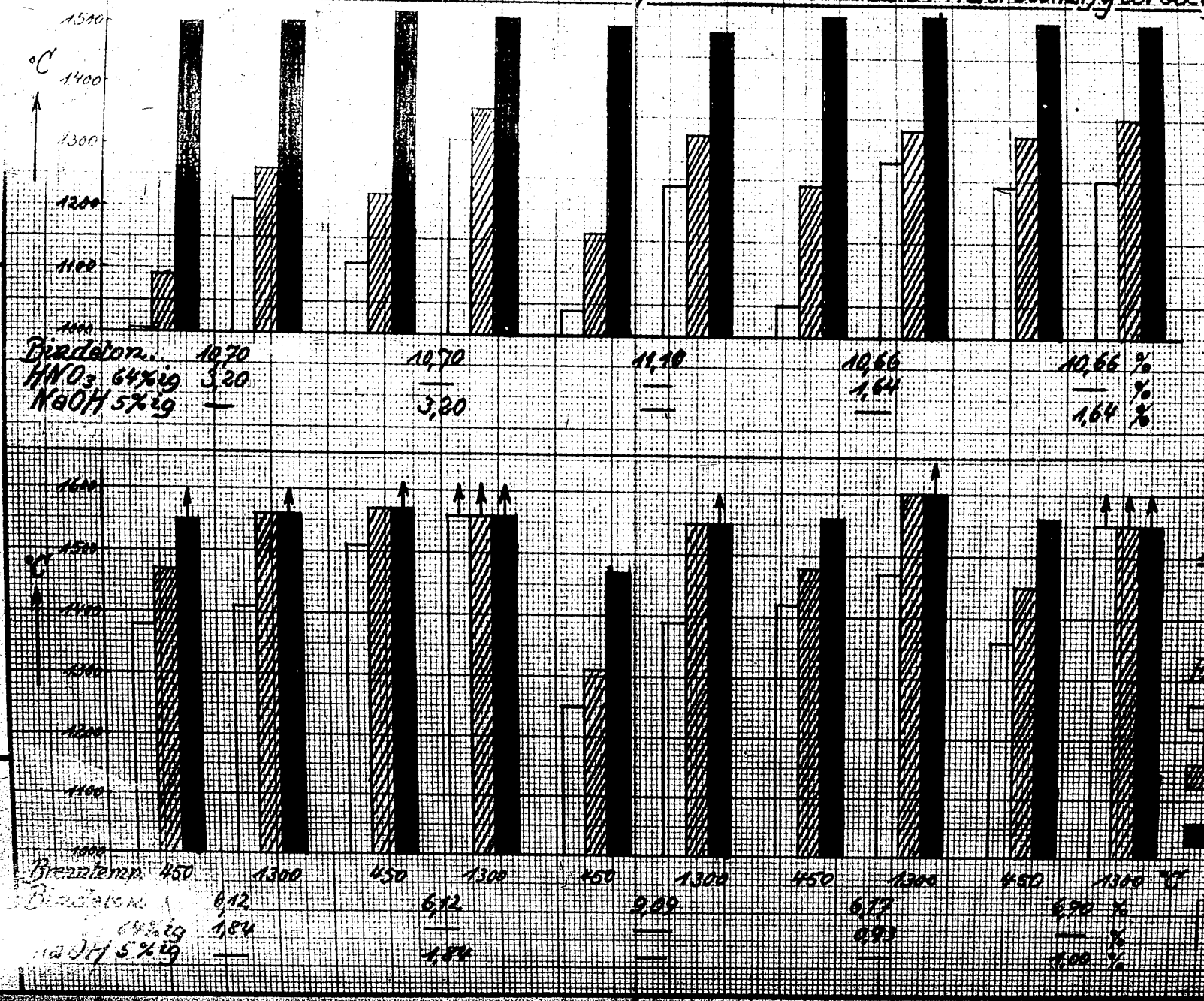
Die Ordinaten sind beim Einsetzen der Erweichung gezeichnet.

Messungen aus Tonerdehydrat Kaolin und Chromschlacke.

Aufgr. Fe 2872/34

Anlage 9

Druckfeuerbeständigkeit in Abhängigkeit von der Brenntemperatur bei Zusätzen von Salpetersäure bezw. Natriumhydroxyd.



Bag 3041

Target No 30/402 16

Leuna

(I. G. Farben)

16000C211

1508

1861

Stade

Analytische Untersuchungen an
Roll-Extrakten aus Braunkohle

160000212

Es besteht Veranlassung, auf die **Rundschreiben der Werksleitung** vom 21. 5. 31 u. 13. 7. 31 betr. Spionageabwehr hinzuweisen und insbesondere darauf aufmerksam zu machen, daß

Berichte

1. nur gegen **persönliche Empfangsbescheinigung** ausgeliehen werden,
2. vom Entleiher ohne Wissen der HBS **nicht weitergegeben** werden dürfen mit Ausnahme der Berichte, welche an Betriebe zum Verbleib abgegeben wurden,
3. **streng vertraulichen Charakter** haben und daher **stets unter Verschluß** aufzubewahren sind,
4. nur im **verschlossenen Umschlag** befördert werden dürfen und
5. **nur durch die HBS vervielfältigt** werden, soweit es sich nicht um betriebseigene Berichte handelt.
   Vervielfältigungen sind auf das unumgänglich notwendige Maß zu beschränken.

Haupt-Berichte-Sammlung
Referate-Büro Tel. 9461.

3287-3M-386

Ammoniaklaboratorium Oppau

160000213

3041-30/4.02-16

AMMONIAKLABORATORIUM OPPAU

LABORATORIUMSBERICHT
8.1.1938 Dr.Sta/B

1508

Herrn Dir. Dr. Müller-Cunradi z.K.

M

Dr. Stade.

Analytische Untersuchungen

an Pott - Extrakten aus Braunkohle.

Ammoniakwerk Merseburg
G.m.b.H.
Haupt-Berichte-Sammlung
Referate-Büro
Me Nr. 1863 / Id

Zurück an
Stickstoffbücherei Op.

Ammoniakwerk Merseburg
G.m.b.H.
Haupt-Berichte-Sammlung
Referate-Büro
Me Nr. 1861 / I d

Inhalt.

Einleitung ..... Seite 1

Allgemeine Untersuchungen .....

Ausgangsmaterial ..... " 2

Methodik ..... " 2

Kennzahlen ..... " 3

Beschreibung der Einzelfraktionen .....

Basenfraktion ..... " 5

Saure Bestandteile ..... " 5

Unverseifbares ..... " 5

Paraffinfraktion ..... " 6

Acetonlösliches Unverseifbares ..... " 6

Petrolätherlösliche Säuren ..... " 7

Äthylätherlösliche Säuren ..... " 7

Alkohollösliche Säuren ..... " 7

Wasserlösliche Bestandteile ..... " 7

Spezielle Untersuchungen .....

Alkohole ..... " 9

Versuchsteil ..... " 17

Zusammenfassung ..... " 20

160000215

Einleitung

Das Ziel der hier beschriebenen Untersuchungen war eine genaue Erforschung der chemischen Zusammensetzung des aus Braunkohle nach dem Pottverfahren hergestellten Extraktes.

Bevor einer eingehenden Untersuchung von Einzelbestandteilen näher getreten werden konnte, waren zunächst Vorarbeiten erforderlich zum Zwecke einer allgemeinen Orientierung über die Eigenschaften des Materials und die hieraus sich ergebenden Untersuchungsmethoden. Der vorliegende Bericht gliedert sich demgemäss in einen allgemeinen Teil über die orientierenden Vorarbeiten und einen speziellen Teil über die Isolierung und Charakterisierung einer bestimmten Körperklasse, nämlich der Alkohole.

Da die Untersuchungen zugunsten anderer vordringlicher Arbeiten vorläufig abgebrochen werden mussten, so gibt dieser Bericht noch keine abschliessenden Resultate, sondern nur ein Bild von dem derzeitigen Stand der Untersuchungen.

160000216

Allgemeine Untersuchungen.

Ausgangsmaterial.

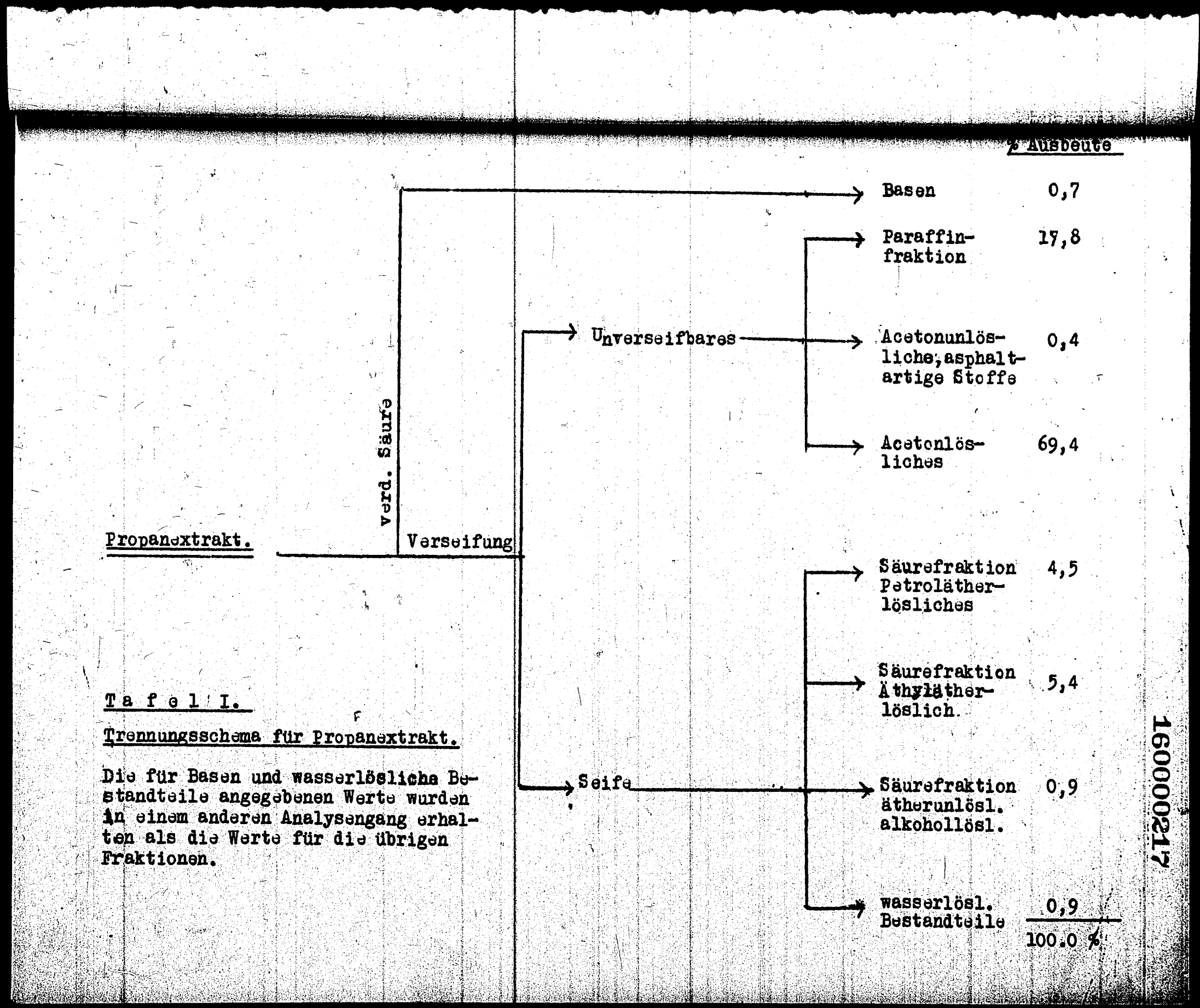
Der durch Druckextraktion von Braunkohle mit Tetralin gewonnene "Pottextrakt" enthält beträchtliche Mengen von Asphaltsubstanzen, welche die chemische Untersuchung wesentlich komplizierter gestalten. Deshalb wurde von einer Untersuchung der Asphaltsubstanzen zunächst Abstand genommen und ein praktisch asphaltfreier Extrakt als Ausgangsmaterial benutzt. Ein solches Material wird erhalten durch Behandlung des asphalthaltigen Pottextraktes mit niederen Kohlenwasserstoffen wie Propan oder Butan, wobei die Asphalte ungelöst bleiben. Die für die hier beschriebenen Untersuchungen als Ausgangsmateria dienenden Propan- und Butanextrakte (teerige Stoffe vom F.-P. 40-50°) wurden bei Herrn Dr. Keunecke hergestellt.

Methodik.

Es wurde zunächst nach Methoden gesucht, um den Propanextrakt in einige grössere Gruppen, deren jede eine typische Körperklasse (wie z.B. Säuren, Paraffine usw.) in möglichst weitgehender Anreicherung enthält, zu verlegen. Hierzu wurde grundsätzlich folgendermassen vorgegangen (s.Tafel I).

Die ätherische Lösung des Propanextraktes wurde zunächst durch Ausschütteln mit 10%iger wässriger Salzsäure von den basischen und dann durch Ausschütteln mit 5%iger wässriger Natronlauge von den sauren Bestandteilen befreit[1]. Hierauf wurde das Material nach Abdampfen des

1) Letzteres ist in Tafel I nicht vermerkt.



T a f e l I.

Trennungsschema für Propanextrakt.

Die für Basen und wasserlösliche Bestandteile angegebenen Werte wurden in einem anderen Analysengang erhalten als die Werte für die übrigen Fraktionen.

16000217

160000218

Äthers durch mehrstündiges Kochen mit 5 %iger alkoholischer KOH unter Zusatz von Benzol verseift. Die Ausschüttelung des Unverseifbaren aus der wässrig-alkoholischen Seifensuspension mit Äther erwies sich als unzweckmässig wegen der Emulsionsbildung und der Schwierigkeit, seifenfreie ätherische Lösungen und saubere wässerige Seifenlösungen zu erhalten. Deshalb wurde die in der wässerigen Suspension des Verseifungsproduktes enthaltene Natriumseife nach der Methode von Donath mittels $BaCl_2$ in die schwerlösliche Bariumseife übergeführt (Grün, Analyse d.Fette u. Wachse I, 207 (1925)). In manchen Fällen wurde auch die Verseifung anstatt mit Alkali mit Barytwasser ausgeführt.

Aus dem so erhaltenen, vom Wasser befreiten und getrockneten Produkt wurde das Unverseifbare mit Petrol- bezw. Äthyläther im Soxhlet extrahiert.

Aus dem Unverseifbaren wurden mit Hilfe von Aceton bei 0° nach Erdmann (Holde, KW-Stofföle u. Fette, 7.Aufl.,536) die höheren Paraffine größtenteils abgetrennt.

Aus der Bariumseife wurden mit verdünnter Salzsäure die Säuren freigemacht und in petrolätherlösliche, äthylätherlösliche und in beiden Lösungsmitteln unlösliche zerlegt.

Die wässerig-alkoholischen Lösungen von der Barytverseifung wurden durch Einleiten von CO_2 neutralisiert, vom ausgefällten Bariumcarbonat durch Filtration befreit und zur Trockne eingedampft.

Bestimmung der Kennzahlen.

Es wurde zunächst versucht, die obigen Fraktionen an Hand der in der Fettchemie gebräuchlichen Kennzahlen zu charakterisieren. Eine allgemeine Schwierigkeit ist hierbei die durch die dunkle Färbung der vorliegenden Substanzen erschwerte Erkennung des Umschlagpunktes. Eine spezielle Komplikation kommt hierzu noch bei den (nach Wijs ausgeführten) Jodzahlbestimmungen, nämlich die Abhängigkeit der gefundenen Wer-

160000219

te von der Höhe der Einwaage der angewandten Jodmenge und der Einwirkungsdauer. Diese Erscheinung dürfte dadurch bedingt sein, dass bestimmte Bestandteile des Propanextraktes nicht nur Jod addieren, sondern in Abhängigkeit von Konzentration und Einwirkungsdauer ausserdem auch substituieren. Diagramm Nr.I a zeigt, dass diese Abhängigkeit am stärksten beim Propanextrakt selbst, in zweiter Linie beim Unverseifbaren und den Säuren, am schwächsten bei der Paraffinfraktion zutage tritt. Hiernach dürften die substituierenden Bestandteile nicht paraffinischer Natur sein (s.S. 7). Um einen ungefähren Anhalt dafür zu gewinnen, bei welcher Einwirkungsdauer und Konzentration man eine beendete Addition und eine in noch möglichst geringem Umfang eingetretene Substitution mit einiger Berechtigung annehmen darf, wurde als Vergleichssubstanz Oleinsäure herangezogen, deren Jodzahl, wie aus Diagramm I a ersichtlich, von der Einwirkungsdauer nur wenig abhängig ist. Da hiernach die Jodzahl der Oleinsäure nach einstündiger Einwirkungsdauer praktisch konstant bleibt, so wurde allen Jodzahlbestimmungen diese Einwirkungsdauer bei 0,1 g Einwaage und 25 ccm Wijscher Jodlösung zugrunde gelegt. Die so erhaltenen Werte sind untereinander vergleichbar, während ihre absolute Gültigkeit natürlich zweifelhaft bleibt.

Die Diagramme I b und I c zeigen die Abhängigkeit der Jodzahlen von der Einwaage und der Jodmenge bei gleicher Einwirkungsdauer. Diagramm I c zeigt besonders deutlich, dass die Werte für Oleinsäure bei Steigerung der Jodmenge rascher konstant werden als diejenigen für Propanextrakt.

Auch bei der Jodzahlbestimmungsmethode nach Margosches-Galle (Holde, K.-Stofföle u. Fette, 7. Aufl., 208) wurden ähnliche Abhängigkeitsverhältnisse beobachtet.

160000220

Beschreibung der Einzelfraktionen.

Eine Übersicht über die Ausbeuten gibt Tafel I. Hiernach enthält Propanextrakt etwa 18 % durch Aceton bei 0°fällbares Paraffin. Bei tieferer Kühlung erhöht sich diese Menge auf etwa 25 %. Die Säuren betragen etwa 10 %, während das acetonlösliche U.-V. mit beinahe 70 % den Hauptteil ausmacht.

Basenfraktion.

Die durch Ausschütteln des in Äther gelösten Propanextraktes mit wässriger Salzsäure (S. 2) erhaltene Lösung wurde mit Natronlauge alkalisch gemacht, ausgeäthert, die ätherische Lösung mit Na_2SO_4 getrocknet und hierauf eingedampft.

Dunkelbraune, schmierige Substanz von eigenartigem, pyridin- oder chinolinartigem Geruch. Chlorkalkreaktion negativ.

Es ist möglich, dass der Propanextrakt noch mehr Basen enthält, als nach diesem Verfahren erfasst wurden.

Saure Bestandteile.

In den mit wässerigem Alkali extrahierbaren sauren Bestandteilen dürften, dem Geruch und der hohen Säurezahl (257) nach zu urteilen, Phenolkörper enthalten sein. Doch war die Eisenchloridreaktion nur sehr undeutlich.

Unverseifbares.

Dunkelbraune, halbfeste Substanz mit kleiner Säurezahl (13,6). Das Auftreten von mehr oder weniger kleinen Säurezahlen in den Verseifungsprodukten des Pottextraktes wurde immer wieder beobachtet. Tafel II zeigt, dass die Esterzahlen gleich 0 sind, und dass sich die im Unverseifbaren vorhandenen sauren Substanzen auf die mit Gasolin und die mit Äthyläther extrahierbaren Anteile des U.-V. verschieden verteilen.

160000221

T a f e l II.

Kennzahlen der Unterfraktionen des Unverseifbaren.

Unverseif-bares	% Ausbeute	Säurezahl	Verseifungs-zahl	OH - Zahl
Gasolin-extrakt I	41,4	8,0	7,99	42,1
Gasolin-extrakt II	16,2	4,8	4,2	22,4
Äthyläther-extrakt I	3,9	39,4	38,6	279, 15
Äthyläther-extrakt II	13,85	27,2	25,95	77,85

Die Säurezahlen des ätherlöslichen U.-V. wurden weder durch nochmalige Verseifung noch durch Auskochen mit Wasser wesentlich verändert. In den wässrigen Extrakten konnte weder mit Eisenchlorid noch mit Chlorkalk Phenol nachgewiesen werden. Schliesst man die Anwesenheit von Phenolkörpern im U.-V. aus, so bleibt als Erklärung für das Auftreten von Säurezahlen wohl nur die Anwesenheit leicht oxydierbarer Substanzen die nach der Verseifung in saure Oxydationsprodukte übergehen.

Paraffinfraktion.

Aus dem U.-V. lässt sich nach dem Erdmann'schen Verfahren mit Aceton bei 0° ein dunkelbraunes Paraffin vom Schmelzpunkt 55-60° in einer Ausbeute von 16 - 18 % des Propanextraktes abscheiden+) Es zeigt Säurezahlen von 7-8, sowie Jod-, Hydroxyl- und Carbonylzahlen von 20 - 30. Zusammen mit dem Paraffin fällt oft eine geringe Menge asphaltartiger Stoffe aus.

Durch Behandlung mit Tonsil in kochendem Benzin wurde das Paraffin hellbraun. Die S.Z. fiel auf 1,4, die O.H.-Zahl auf 16, die Carbonylzahl auf 8. Später dunkelte aber das Paraffin allmählich wieder nach. Die färbende Substanz liess sich aus dem Tonsil mit Aceton eluieren; sie schied sich aus dem kochenden Aceton teilweise aus und war dann nicht mehr in Aceton, jedoch in Tetrachlorkohlenstoff löslich.

Die Tafel III gibt einen Überblick über die aus Butanextrakt mit Aceton und anderen Lösungsmitteln erhaltenen Paraffinausbeuten.

Acetonlösliches U.-V.

Die nach Ausfällung des Paraffins mit Aceton verbleibende Acetonlösung

+) Durch Acetonfällung bei tieferer Kühlung (-30°) sowie durch Raffination mit Schwefelsäure und mit Essigsäureanhydrid wurden weitere 7-10 % paraffinartiger Abscheidungen erhalten.

T a f e l III.

Abtrennung von Paraffinfraktionen aus Butanextrakt mit verschiedenen Lösungsmitteln.

Lösungsmittel	% Ausbeute	F.-P.
Aceton	24,86 25,32	56 - 62°
Methyläthyl-Keton	19,74 19,61	61 - 66°
Methylalkohol	5,23 4,90	54 - 61°
Äthylalkohol	9,21 8,46	55 - 61°
i-Propylalkohol	26,25 25,22	54 - 58°
i-Butylalkohol	26,88 27,59	54 - 60°
i-Amylalkohol	24,83	56 - 60°
Benzyl-Alkohol	25,74	55 - 60°
Äthylacetat	20,62 19,67	60 - 65°
Aceto-Nitril	8,93 8,88	50 - 55°
Äthylen-Chlorhydrin	33,49 33,94	52 - 56°

hinterlässt nach dem Eindampfen eine dunkelbraune, dicke Flüssigkeit mit der S.-Z. ca. 15, Jod-Z. 80-90, OH-Z. 60-70 und Carbonylzahl ca. 30. Sie enthält u.a. die durch Aceton nicht fällbaren KW-stoffe, sowie alkohol- und ketonartige Körper und diente als Ausgangsmaterial bei den auf S.9 ff. beschriebenen Versuchen zur Isolierung der Alkohole.

Petrolätherlösliche Säuren.

Braunschwarze, wachsartige Masse S.Z.: 133,1 J.Z.: 58,2, F.P.55-63°

Äthylätherlösliche Säuren.

Diese in Petroläther unlöslichen, in Äthyläther dagegen löslichen Säuren bilden eine schwarze, spröde, leicht pulverisierbare Masse, die bei 92°C anfing zu sintern und erst bei 150° völlig durchgeschmolzen war. S.-Z.: 12998, J.-Z.: 93,3.

Alkohollösliche Säuren.

Diese weder in Petrol- noch in Äthyläther, jedoch in Alkohol löslichen Säuren zeigen einen ähnlichen äusseren Habitus wie die äthylätherlöslichen. Es muss sich hierbei um hochmolekulare Substanzen handeln, da bei 360° noch keine äussere Veränderung zu bemerken war. S.-Z. : 126,0.

Die Jodzahlbestimmung liess sich bei dieser Substanz nicht durchführen, weil bei der Rücktitration des Jods mit Thiosulfat ein scharfer und rascher Umschlag nicht zu erreichen war. Vielleicht ist es diese oder die nachstehende wasserlösliche Substanz, welche die Konzentrations- und Zeitabhängigkeit der Jodzahlwerte beim Pottextrakt bedingt. (S.4).

Wasserlösliche Bestandteile.

Inhomogene, braune, leicht pulverisierbare Substanz. Sintert und schmilzt ungleichmässig zwischen 158 und 260°. Die Eisenchloridre-

aktion auf Phenol war sehr undeutlich.

Die ursprünglich in klarer, wässriger Lösung angefallene Substanz hatte nach dem Abdampfen des Wassers ihre Wasserlöslichkeit teilweise verloren. Dieser wasserunlöslich gewordene Anteil löste sich auch nicht in Äther.

Es wurden nun schon in wiederholten Fällen schwer - bis unlösliche, kohleartige, scheinbar hochpolymere Stoffe erwähnt, die sich aus vorher klaren Lösungen ausschieden und in dem betreffenden Lösungsmittel nicht wieder in Lösung zu bringen waren. Hierher gehören ausser den eben genannten, ursprünglich wasserlöslichen Stoffen auch die aus dem zum Elieren des Tonsils (von der Paraffinbleichung) verwendeten Aceton ausgeschiedenen Substanzen (S. 6), sowie die weder in Petrol- noch in Äthyläther löslichen Säurefraktionen (S. 7). Ob es sich dabei um Stoffe handelt, die zunächst durch andere lösliche Substanzen mit in Lösung gehalten und dann wieder ausgeschieden wurden, oder um Polymerisations- oder / andere Umwandlungsprodukte, die erst während der Verarbeitung entstanden sind, muss noch dahingestellt bleiben. Andere Beobachtungen sprechen für die Entstehung wasserlöslicher Abbauprodukte während der Verarbeitung. Die gleichen Erscheinungen wurden bei der Isolierung der Alkohole wahrgenommen und werden auf S.15 diskutiert.

Die evtl. Empfindlichkeit der Propanextrakte gegen chemische Eingriffe und Temperatureinflüsse lässt jedenfalls eine möglichst schonende Verarbeitung ratsam erscheinen. Versuche zur Kaltverseifung von Butanextrakt waren erfolgreich (s.S.18).

Spezielle Untersuchungen.

Versuche zurvIsolierung der im Pottextrakt enthaltenen Alkohole.

Eine seit langem bekannte Methode zur Abtrennung von Alkoholen aus ihren Mischungen mit andersartigen Stoffen besteht darin, dass man die Alkohole durch Umsetzung mit Dicarbonsäureanhydriden in Dicarbonsäure-Halbester überführt und die Natriumsalze dieser Halbester auf Grund ihrer Wasserlöslichkeit von den nicht wasserlöslichen Beimengungen trennt (H.Meyer, Analyse u.Konstitutionsermittelung org. Verbb.5.Aufl., 289).

Dieses Verfahren wurde auf die im Pottextrakt enthaltenen alkoholischen Bestandteile angewendet. Als Ausgangsmaterial diente der durch Acetonfällung von den höheren Paraffinen weitgehend befreite Anteil des Unverseifbaren (s.S. 7 u.Tafel I+).

Es wurde vorzugsweise mit Bernsteinsäureanhydrid gearbeitet, da dieses für die vorliegende Substanz besonders geeignet erschien.

Die Versuchsausführung gestaltete sich gewöhnlich folgendermassen:

Der im Vorhergehenden näher gekennzeichnete Anteil des Pottextraktes wurde mit überschüssigem Bernsteinsäureanhydrid meist ohne weitere Zusätze bei verschiedenen, zwischen 125 und 250° liegenden Temperaturen etwa 12 Stunden lang verschmolzen. Die abgekühlte Schmelze wurde in 5-10 %iger Sodalösung aufgenommen. Da das übliche Verfahren zur Abtrennung der nichtalkoholischen Begleitstoffe durch Ausäthern der Sodalösung zu lästigen Emulsionen führte, so wurden die Natrium-Estersalze durch Zusatz von Bariumchlorid zu der schwach sodaalkalischen wässerigen Lösung in die Barium-Estersalze übergeführt. Der so erhaltene Niederschlag liess sich absaugen, trocknen und durch Soxhletextraktion mit Petrol- und Äthyläther von den nicht mit Bernsteinsäure veresterten Bestandteilen befreien. Aus dem hierbei ungelöst gebliebenen Barium-Estersalz wurde dann durc

+) Ein Bild von der Verteilung der alkohol. Bestandteile auf die Unterfraktionen des Gesamt-U.V. gibt Tafel II.

Salzsäure die Estersäure freigemacht und aus dieser durch alkalische Verseifung und Ausäthern der wässerigen Seifenlösung die Alkoholfraktion gewonnen. Hierbei blieben im Wasser noch mehr oder weniger grosse Substanzmengen gelöst (im Folgenden bezeichnet als "wasserlösliche Bestandteile").

Als Anhaltspunkte für die Beurteilung des Reaktionsverlaufes dienten die Ausbeuten an Petrol- bezw. Äthylätherextrakt, an wasserlöslichen Bestandteilen und an Alkoholfraktion, sowie die Hydroxylzahlen dieser Substanzen: bei vollständiger Abtrennung der Alkohole mussten die Hydroxylzahlen der Aetherextrakte gleich Null werden.

Aus den in Tafel IV dargestellten Versuchsergebnissen ist zu schliessen, dass die Anwendung des sonst sehr gebräuchlichen Phthalsäureanhydrides und von Lösungsmitteln bei dem vorliegenden Material keine besonderen Aussichten bietet. Denn die Petrolätherextrakte weisen in allen Fällen Hydroxylzahlen auf, und die Ausbeuten an Alkoholfraktion in Höhe von 0,5 - 2,4 % bleiben hinter den mit Bernsteinsäureanhydrid ohne Lösungsmittel erzielten Ausbeuten von durchschnittlich 5 % (bezogen auf das paraffinarme U.V., Tafel V und VII) zurück.

Es wurde daher mit Bernsteinsäureanhydrid ohne Lösungsmittel gearbeitet. Das Bariumsalzverfahren kam zunächst noch nicht zur Anwendung, sondern die Bernsteinsäure-Halbester wurden durch Ausäthern der wässrigen Lösungen ihrer Natriumsalze von anderweitigen Bestandteilen befreit. Die Alkoholausbeuten (Tafel V) liegen jetzt zwar höher, aber die Veresterung ist noch nicht vollständig gelungen, wie die Hydroxylzahlen der Petrolätherextrakte beweisen.

Nunmehr wurde nach dem Bariumsalzverfahren gearbeitet und ausserdem ein noch grösserer Überschuss an Bernsteinsäureanhydrid als früher angewendet.(Anhydrid : Pottextrakt = 1 : 1). Diesmal (Tafel VI) wurden bei den

Tafel IV

Versuche zur Abtrennung der Alkohole mit verschiedenen Säureanhydriden und Lösungsmitteln.

Reaktionsbedingungen		Petrolätherextrakt	Äthylätherextrakt	Alkoholfraktion
Phthalsäureanhydrid	% Ausbeute	77,9	1,3	1,17
Xylol 24 Std. gekocht	OH - Zahl	59,3		
Bernsteinsäureanhydrid, Xylol 24 Std. gekocht	% Ausbeute	79,95	1,0	2,43
	OH - Zahl	41,8		
Phthalsäureanhydrid ohne Lösungsmittel 24 Std. bei 130-140°C	% Ausbeute	67	8	0,5
	OH -- Zahl	33,7		

Tafel V

Abtrennung von Alkoholen mit Bernsteinsäureanhydrid bei verschiedenen Reaktionstemperaturen.

	Hydroxylzahlen				
Reaktionstemperatur	Petrolätherextrakt	Äthylätherextrakt	Alkoholfraktion	% Alkoholausbeute	C-Atomzahl der Alkohole ber. aus der OH-Zahl
125°	35,6	0	66,7	6,5	59
150°	37,15	0	53,2	5,5	74
200°	25,2	0	43,3	7,0	92
250°	60,3	12,9	49,5	16,3	80

Tafel VI

Abtrennung von Alkoholen mit Bernsteinsäureanhydrid bei verschiedenen Reaktionstemperaturen.

Reaktionstemperatur	Hydroxylzahlen			C-Atomzahl der Alkohole berechnet aus der OH-Zahl
	Petroläther-extrakt	Äthylätherextrakt	Alkoholfraktion	
125°	40,5	0,0	46,[illegible]	86
150°	0,0	0,0	46,1	85
200°	0,0	0,0	66,0	60
250°	0,0	21,4	145,1	27

160000230

Reaktionstemperaturen von 150 und 200° Petrol- und Äthylätherextrakte mit der OH-Zahl 0 erhalten, was zu dem Schluss berechtigt, dass bei diesen Temperaturen das Reaktionsoptimum liegt.

Ein Vergleich der bei verschiedenen Temperaturen erzielten Ausbeuten scheint dies zu bestätigen (Tafel VII, Diagramm II): die Summe der petrol- und äthylätherlöslichen Bestandteile nimmt mit steigender Temperatur ab zugunsten der wasserlöslichen Anteile, während die Alkoholausbeute bei 175° etwas zunimmt. Oberhalb von 175° nimmt die Summe der ätherlöslichen Substanzen sowie die Alkoholfraktion immer mehr ab; andererseits wurde jetzt eine Zunahme von ätherunlöslichen und in Wasser teils löslichen, teils gleichfalls unlöslichen Produkten beobachtet. Es liegt somit nahe, dass bei Veresterungstemperaturen oberhalb 175° sowohl Polymerisations- als auch Abbaureaktionen in immer grösserem Ausmass Platz greifen und zu Produkten führen, die von den ursprünglichen Bestandteilen des Ausgangsmaterials, deren unveränderte Erfassung das Ziel der vorliegenden Untersuchungen ist, verschieden sind. (vgl. S. 8).

Auffallend sind die niedrigen Hydroxylzahlen der Alkoholfraktionen in Tafel V und VI. Die Werte liegen bis auf einen einzigen zwischen 43 und 67; dem würde bei einwertigen Alkoholen eine Anzahl von 60 - 90 Kohlenstoffatomen im Molekül entsprechen. Wie alle Kennzahlbestimmungen (vgl. S. 3), so bereitete auch die Ermittelung der Hydroxylzahlen (nach Verley und Bölsing) bei den Pottextrakten erhebliche Schwierigkeiten infolge der dunklen Färbung dieser Stoffe. Insofern erscheint es zunächst naheliegend, die abnorm niedrigen Hydroxylzahlen auf Fehler bei der Bestimmung zurückzuführen.

Um nun diese zweifelhaften Werte zu kontrollieren, wurden ausser den Hydroxylzahlen auch die leichter bestimmbaren Säure- und Verseifungszahlen der den betreffenden Alkoholfraktionen entsprechenden Bernsteinsäure-Halbester ermittelt. Wie Tafel VII erkennen lässt, genügen die so gefundenen Werte einigermassen der Forderung, dass die Verseifungszahlen

Reaktionstemperatur °C	Ausbeute in Gramm				Halbester						
	Petroläther-extrakt	Äthyläther-extrakt	Halbester	Alkohol-fraktion	C-Atomzahl d. Alkohols ber. aus der Alkoholausbeute	Säurezahl	Verseifgs-zahl	C-Atomzahl des Alkohols ber. aus S.-Z.	C-Atomzahl des Alkohols ber. aus V.-Z.	Hydroxylzahlen der Alkohol-fraktionen	C-Atomzahl des entsprech. Alkohols aus der OH-Zahl
125	9,46	0,973	0,518	0,411	31,7 32	91,7	200,2	36 36	32	232,0	16
150	8,16	0,366	0,534	0,442	40	112,45	220,2	28	28	95,3	41
175	7,82	0,487	0,691	0,477	19	108,9	214,1	29	30	88,3	44
200	7,14	0,625	0,543	0,364	17	79,4	179,3	42	37	154,1	25
225	7,18	0,822	0,642	0,430	17	96,9	232,6	33	26	-	-
250	5,98	1,346	0,847	0,352	6	109,25	247,5	29	24	195,3	20

Abtrennung der Alkoholfraktionen bei verschiedenen Temperaturen aus je 10 g paraffinarmem Unverseifbaren (mit Bernsteinsäureanhydrid).

Tafel VII.

160000232

von Dicarbonsäurehalbestern doppelt so gross sein müssen, wie die Säurezahlen. Untereinander zeigen die Konstanten der bei verschiedenen Temperaturen erhaltenen Halbester freilich starke Abweichungen. Aus den Säure- u. Verseifungszahlen berechnet sich jedoch für die entsprechenden Alkohole ein mittlerer Gehalt von etwa 30 C-Atomen im Molekül, also ein wesentlich tieferer Wert, als in früheren Versuchen (Tafel V, VI) auf Grund der OH-Zahlen gefunden.

Aus den Estersäuren mit den hier angegebenen Säure- u. Verseifungszahlen wurden nun die Alkohole abgespalten und nach Verley und Bölsing auf ihre OH-Zahlen untersucht. Die diesmal erhaltenen Werte (Tafel VII) lagen aber nicht wieder so tief wie früher, sondern liessen auf eine mittlere C-Zahl von etwa 25 schliessen, passen also einigermassen zu den Säure- u. Verseifungszahlen. Untereinander weisen sie freilich ebenfalls beträchtliche Unterschiede auf.

Hieraus müsste man schliessen, dass die nach Verley und Bölsing ermittelten OH-Zahlen - wenigstens in grober Annäherung - richtig sind+)

Ungeklärt bleibt aber vorläufig die Frage, warum bei den früheren Versuchen (Tafel V u. VI) derartig niedrige OH-Zahlen gefunden wurden.

Es ist vielleicht kein Zufall, dass die Schwankungen der mittleren C-Atomzahlen der Alkohole gewisse Regelmässigkeiten erkennen lassen (Tafel VII, Diagramm III). Die Werte zeigen Maxima zwischen 150 und 200° und ausgesprochene Minima bei 250°C. Die Maxima, welche mit dem Ausbeute-Optimum (Diagramm II) übereinstimmen, sind vielleicht damit zu erklären, dass zwischen 150 und 200°C auch höhere Alkohole verestert werden, welche unterhalb 150° noch unverestert bleiben (s.S.15). Eine

+) Es sei auch auf diejenigen mittleren C-Zahlen hingewiesen, die an Hand der aus den Bernsteinestersäuren erhaltenen Alkoholausbeuten errechnet wurden. Sie betragen im Mittel 22 (Tafel VII).

Erklärung für das Minimum bei 250° ist wohl darin zu suchen, dass bei Veresterungstemperaturen über 200° Abbau- und Zersetzungsreaktionen stattfinden und zu niedermolekularen Produkten führen+). Dafür spricht besonders die bei 250° aus der Alkoholausbeute berechnete, extrem niedere C-Zahl von 6 (Tafel VII) und das Entstehen grösserer Mengen wasserlöslicher Produkte.

Da diese Versuche für eine optimale Veresterungstemperatur von 150 - 200° sprachen, wurde nunmehr bei 175° gearbeitet.

Das hierbei erhaltene Barium-Estersalz gab (in Übereinstimmung mit früheren Beobachtungen) beim Ansäuern mit verdünnter Salzsäure eine ätherlösliche und eine ätherunlösliche Substanz (Halbester), welche beide voneinander getrennt wurden.

Der ätherlösliche Halbester, eine halbfeste, klebrige Substanz, wurde zur Entfernung der darin noch enthaltenen freien Bernsteinsäure mehrmals mit Wasser ausgekocht. Er ging hierbei in ein springhartes Produkt über; die mittlere C-Atomzahl des hierin enthaltenen Alkohols berechnet sich auf Grund der Säure- und Verseifungszahl zu 23-26++).

Der Halbester gab nun bei Versuchen, ihn aus Ligroin umzukristallisieren, Produkte, die in Ligroin teils unlöslich, fest und schwarz, teils löslich, fest oder syrupartig, grau oder braun gefärbt waren. Aus den Säure- und Verseifungszahlen dieser Substanzen berechneten sich für die entsprechenden Alkohole 30-51 C-Atome, also in allen Fällen mehr als aus der noch nicht zerlegten Ausgangssubstanz (Tafel VIII).

+) Auch eine evtl. Abtrennung von mehrwertigen Alkoholen müsste in einer Erhöhung der OH-Zahl und scheinbaren Verkürzung der C-Kette in Erscheinung treten.

++) Die aus dem Halbester durch Verseifen erhaltene Alkoholfraktion lieferte beim Umkristallisieren aus Aceton eine hellgelbe kristallinische Substanz, die infolge ihrer geringen Menge noch nicht näher untersucht werden konnte.

Tafel VIII

Fraktionierte Extraktion des Bernsteinsäure-Halbesters

Fraktion	% Ausbeute	Schmelzpunkt	Säurezahl	Verseifungszahl	Jodzahl	C-Atomzahl des entspr. Alkohols ber. aus		Zahl der Doppelbindungen im Alkoholmolekül
						S.-Z.	V.-Z.	
Halbester ätherunlöslich		> 300°	64,99	147,3	46,4	54	46	1,3
Halbester ätherlöslich		115 - 120°	117,35	265,1		26	22	
Ligroin-extraktion → Rückstand$_1$	15,8	> 300°	68,35	154,25		51	44	
Ligroin-Lösung, Kühlen → Niederschlag$_1$	34,5	185 - 140°	95,4	213,5	89,2	38	30	1,6
Ligroin-Lösung, Kühlen → Niederschlag$_2$	13,1	90 - 100°	74,7	150,75		46	36	
Ligroin-Lösung, Kühlen, Abdampfen → Rückstand$_2$	36,7	bei gew. Temperatur halbfest	69,7	162,7	87,45	49	41	2,2

16000235

Tafel IX.

Fraktionierte Extraktion des Bernsteinsäurecetalbesters.

Fraktion		% Ausbeute	Sinterpunkt	Schmelzpunkt	Säurezahl	Verseifungszahl	C-Atomzahl des entsprechenden Alkohols berechnet aus:	
							S.Z.	V.Z.
Halbester ätherlöslich				115 – 120°	117,35	265,1	26	22
Ligroin-extraktion → Lösung → Kühlen → Lösung → eindampfen	Rückstand 1	29,2	205°	295°	95,3	181,85	34	36
	Niederschlag	18,0	115°	210°	90,9	188,75	36	34
	Rückstand 2	45,8	bei gewöhnlicher Temperatur halbfest		88,9	145,05	37	47
Halbester ätherunlöslich			> 360°		65,5		53	

160000236

160000237

Tafel X.

Die Daten der aus den Halbestern (Tafel VIII, IX) erhaltenen Alkoholfraktionen.

Alkoholfraktion Nr.	Löslichkeit	Sinterpunkt	Schmelzpunkt	Hydroxylzahl	C-Atom-Zahl
I	In Äthyläther löslich, in Gasolin unlöslich	245°	320°	52,1	76
II		160°	240°	81,05	48
III		145°	220°		
IV		250°	300°	48,09	82
V	In Äthyläther und Gasolin unlösl. in Chloroform lösl.	340°	> 360°	33,67	118
VI		345°	> 360°	0,0	> 118
VII	In Gasolin löslich	Bei gewöhnl. Temperatur halbfest		115,0	34

160000238

Eine Wiederholung der Fraktionierung mit Ligroin, Benzin und Gasolin lieferte ein ganz ähnliches Resultat (Tafel IX).
Auch der oben erwähnte ätherunlösliche Bestandteil des Halbesters liess auf eine C-Zahl des entsprechenden Alkohols von 46 schliessen; er dürfte mit dem ligroinunlöslichen Rückstand (Tafel VIII, IX) identisch sein.
Aus allen diesen verschiedenen Halbesterfraktionen wurden nun durch Verseifung die Alkohole abgespalten. Die auf Grund der Hydroxylzahlen berechneten C-Atomzahlen (Tafel X) lagen jetzt zwischen 34 und über 100, übertrafen also wiederum die aus den Säure- und Verseifungszahlen der Halbester berechneten C-Atomzahlen.
Dass die Substanzen mit niedrigen Hydroxylzahlen tatsächlich hohe Molekulargewichte besitzen müssen, wird durch eine Betrachtung der Löslichkeitsverhältnisse und Schmelzpunkte gestützt (s.Taf.X)Die Alkoholfraktionen Nr.V u. VI haben die höchsten C-Atomzahlen (über 100) und Schmelzpunkte (> 360°) und sind in Äthyläther und Gasolin unlöslich. Die Alkohole I/IV mit 48-82 C-Atomen im Molekül schmelzen zwischen 240 und 320° und sind zwar in Gasolin unlöslich, jedoch in Äthyläther löslich. Die Alkoholfraktion VII mit 34 C-Atomen schliesslich ist bei Zimmertemperatur halbfest und in Gasolin löslich. Diagramm IV verdeutlicht diese Zusammenhänge zwischen Schmelztemperaturen und OH-Zahlen. Wenn auch die Frage, inwieweit diese Fraktionen einheitlich sind, noch offen bleibt, so darf man doch aus diesen Zusammenhängen schliessen, dass die gefundenen Hydroxylzahlen wenigstens grössenordnungsmässig richtig und innerhalb derselben Versuchsreihe miteinander vergleichbar sind.
Aus Tafel VIII sind die entsprechenden Zusammenhänge auch für die Halbester erkennbar. Die verhältnismässig zu hohe C-Atomzahl des bei Zimmertemperatur halbfesten Rückstandes 2 lässt sich vielleicht durch einen

160000239

stärkeren Grad von Ungesättigtheit (Jodzahl 87, 45) teilweise erklären.

Die bisherigen Ergebnisse sind zusammenfassend dahingehend zu charakterisieren, dass die nach dem geschilderten Verfahren aus Pottextrakten abtrennbaren Alkoholfraktionen in den meisten Fällen ziemlich hochmolekulare Körper sein müssen; die für ein Alkoholmolekül auf Grund von Kennzahlen berechneten Kohlenstoffatomzahlen liegen zwischen 25 und über 100.

Bei der Frage nach der Entstehung dieser hochmolekularen Körper ist zu berücksichtigen, dass unter den bei der Gewinnung der Pottextrakte angewandten Bedingungen (hohe Temperatur, Druck), die Entstehung solcher Produkte begünstigt werden kann (vergl. hierzu die Arbeiten von Franz Fischer über Druckextraktion von Kohle, Ges. Abhdlgn.z.Kenntnis der Kohle). Nimmt man z.B. an, dass Montansäure decarboxyliert, ketonisiert und (durch das beim Pottverfahren angewandte Tetralin) hydriert wird, so würde das zu sekundären Alkoholen mit etwa 50 Kohlenstoffatomen führen (vgl. hierzu Strache-Lant, Kohlenchemie (1924), S.188/89). Da sekundäre Alkohole mit Säureanhydriden erst bei etwas höheren Temperaturen reagieren als primäre, so wäre hiermit evtl. das Ansteigen der C-Atomzahlen zwischen 150 und 200° zu erklären (Tafel VII u.Diagramm III - H.Meyer, Analyse n. Konstitutionsermittelung organ.Verbb.5.Aufl., 289).

Die Erklärung für die Beobachtung, dass in einigen Versuchsreihen (V,VI) Alkoholfraktionen mit höheren, in anderen (VII) solche mit niedrigeren C-Atomzahlen erhalten wurden, ist zunächst allgemein in der Richtung zu suchen, dass bei der Druckextraktion von Kohle mit temperaturabhängigen Gleichgewichten zwischen einfachen und polymeren Produkten zu rechnen ist (Strache-Lant, Kohlenchemie (1924), 172-Engler, Tauss,Angew.Ch.34(1921), 308). Es besteht die Möglich-