

Richtlinien
zur Prüfung von Festkraftstoffen
für Fahrzeuggeneratoren

Sept 1964

Arbeitsgruppe Gaserzeuger
der Zentralstelle für Generatoren im VDI
Untergruppe Kraftstoffe

27147

Richtlinien zur Prüfung von Festkraftstoffen

Inhalt:

Übersicht:	Prüfung und Gütekennwerte von Festkraftstoffen
Blatt	Probenahme und- aufbereitung
1	2 Korn- und Stückgröße
2	3 Schüttgewicht
3	4 Trommelfestigkeit
4	5 Wasser und Aschegehalt, Gehalt an flüchtigen Bestandteilen
5	6 Kohlenstoff- und Wasserstoffgehalt
6	7 Heizwert
7	8 Schwefelgehalt
8	9 Teergehalt
9	10 Zündpunkt und Reaktionsfähigkeit

Von der Arbeitsgruppe Gaserzeuger der Zentralstelle für Generatoren im VDI, Untergruppe Kraftstoffe, wurden die vorliegenden Richtlinien zur Prüfung von Festkraftstoffen ausgearbeitet. Der Kreis der Bearbeiter umfasste die Erzeuger der Kraftstoffe, die Hersteller der Fahrzeuggeneratoren sowie die Kraftstoffverbraucher. Ferner haben verschiedene Forschungslaboratorien mitgewirkt. Der Untergruppe gehörten folgende Mitglieder an :

Obman	
Prof. Dr.-Ing. Wilke:	I. G. Farbenindustrie A. G., Ludwigshafen/Rh.
stellv. Obman	
Dr.-Ing. Rammie:	Dresden.
Prof. Dr. Aga:	Techn. Hochschule, Darmstadt.
Prof. Dr. Dietze:	Kaiser-Wilhelm-Inst. Berlin.
Dr. Hartner-Seberich:	Daimler-Benz A. G., Gaggenau.
Dr. Fan:	Zentralstelle f. Generatoren, Berlin.
Dr.-Ing. Finkbeiner:	Darmstadt.
Ing. Jantsch:	Zentralstelle f. Generatoren, Berlin.
Prof. Dr. Kappelle:	Techn. Hochschule, Hannover.
Dr.-Ing. Koo:	Stinnes-Generator GmbH., Essen.
Dipl. Ing. Köhler:	I. G. Farbenindustrie A. G., Ludwigshafen/Rh.
Dr. Krönig:	Oberschles. Hydrierwerke, Blechhammer.
Dr. Müller:	I. G. Farbenindustrie A. G., Ludwigshafen/Rh.
Dr. Müschenbor:	Sudetenländische Treibstoffwerke, Brüx.
Dr. Radmacher:	Rhein.-Westfäl. Kohlensyndikat, Essen.
Dr. Reerinc:	Verein für bergb. Interessen, Essen.
Dr. Richter:	Oberschles. Hydrierwerke, Blechhammer.

Die Richtlinien haben die Aufgabe, für die vorgeschriebenen Gütekennwerte einheitliche Prüfverfahren festzulegen. Bei einigen Prüfverfahren konnten dabei bereits vorhandene DIN Blätter des Deutschen Normenausschusses übernommen werden, die für die vorliegenden Richtlinien zweckentsprechend eingeschränkt wurden. Weitere Blätter über das Asche- und Schlackenverhalten und die Feuerstandsfestigkeit von Festkraftstoffen sind noch in Ausarbeitung.

Oppau, im Sept. 1944
Prof. Dr.-Ing. W. Wilke

Prüfung und Gütekennwerte von Festkraftstoffen

Nr.	Kraftstoffprüfung		Gütekennwerte							
	Gegenstand	Prüfung nach:	Anthrazit	Magerkohle	Überschiefschwefels	Faustkohle	Holzgruße	Holz	Torf	Feinkorn & Bräut
1	Probenahme u. -aufbereitung Probenmenge	DIN 53711	70=1Kg 6-10	70=1Kg 6-10	70=1Kg 6-10	30=1Kg 15-30	30=1Kg 40-75	50=2 Kg 70=20-30 kg 50=50=300 100=100=100	50=2 Kg 15=25-25 kg 100=100=100	30=1Kg 65=60-60g unter 5% bis 6mm unter 5% bis 4mm
2	Körnung bzw. Stückgröße % Unterkorn Gew. % Überkorn Gew. %	Siebe nach DIN 1170	zusammen unter 10%	unter 6% zus. unter 10%	unter 6% zus. unter 10%	unter 10% bis 10mm unter 10% bis 55mm	unter 10% bis 35mm unter 10% bis 80mm	—	—	—
3	Schmelzwärme	KJ/m ³	über 700	über 450	über 450	über 240	über 170	über 270	über 300	—
4	Trennwertfähigkeit Hydr. Wasser u. Feuchtigkei	%	unter 5	unter 11	unter 10	unter 10	unter 10	unter 30	unter 20-25	von 12-16
5	Asche	%	unter 3 ¹⁾	unter 8	unter 10	unter 5	unter 5	unter 5	unter 2,5	unter 7
6	Kohlenstoff- u. Wasserstoff Flüchtige Bestandteile	%	unter 12	über 7600	über 3	—	—	—	—	—
7	Unterer Heizwert	Kcal/Kg	über 7600	über 6600	über 6600	über 6500	—	—	über 3500	über 4800
8	Gesamtschwefel	%	unter 12	unter 1	unter 1	—	—	—	—	unter 12
9	Teer	%	unter 2	unter 0,5	unter 0,5	unter 0,2	—	—	—	—
10	Zündverhalten und Reaktionsfähigkeit									

1) Nichts ständig
 2) Einheitsstärkewert muß mindestens 30 Gew. % Laubholz enthalten
 3) Unterkorn: unter 5% über 300 ccm, dabei Kantenlänge nicht über 100 mm
 Unterkorn: unter 5% unter 10 ccm, dabei Kantenlänge nicht unter 10 mm
 4) Körnung der Trockenkohle 0-2 mm, Rückstand auf dem 2 mm Rundlochsieb nicht mehr als 10%
 150 g Stückgewicht, höchstens 70 g Übergewicht. Drückfestigkeit an der Presse über 160 kg/cm².

Probenahme und -aufbereitung von Festkraftstoffen

Hierfür gelten die Vorschriften nach DIN 53711.

1. Verfahren für die Probenahme

Von lagernden Festkraftstoffen ist eine verlässliche Probenahme sehr schwierig. Die Entnahme einer richtigen Durchschnittsprobe von einer in Bewegung befindlichen Kraftstoffmenge (Auf- oder Abladen) ist genauer durchführbar und daher zu bevorzugen. Von der Oberfläche dürfen Proben nicht entnommen werden. Aus Eisenbahnwagen werden die Teilproben während des Entladens in bestimmter Folge (z.B. aus jedem Greiferinhalt oder jede 50. Schaufel) entnommen. Aus Lagerhaufen oder von Eisenbahnwagen, die nicht umgeladen werden, sind die Proben in der Weise zu entnehmen, dass an möglichst vielen Stellen Löcher gegraben und die Teilproben aus jedem Loch entnommen werden.

Im Hinblick auf die durchzuführenden Bestimmungen der Trommelfestigkeit und insbesondere der Siebanalyse ist bei der Probenahme selbst, bei der Beförderung zur Weiterbearbeitung und bei der Verteilung grösste Schonung des Probegutes zu beachten, damit dessen Zerkleinerung vermieden wird.

2. Gesamtmenge der Durchschnittsprobe

Für Festkraftstoffe bis 30 mm Korngrösse, z.B. Anthrazit u. Schwelkoks sowie Paan-Holz Kohle, werden an 70 Stellen, gleichmässig auf die ganze Kraftstoffmenge verteilt, jeweils Teilproben im Gewicht von etwa 1 kg entnommen.

Hiervon werden verwendet :

- 20 kg für die Siebanalyse
- 20 kg für die Bestimmung der Trommelfestigkeit
- 30 kg für die Herstellung der Laboratoriumsprobe

Für die analytischen Untersuchungen, falls eine Schüttgewichtsbestimmung gewünscht wird, werden die 30 kg vor der Aufbereitung zur Laboratoriumsprobe für die Durchführung dieser Bestimmung benutzt.

Falls eine der angeführten Untersuchungen nicht durchgeführt werden soll, so wird die Zahl der Teilproben entsprechend vermindert, jedoch nicht unter 30.

Für Presslinge, s.B. Braunkohlenbriketts, genügt die Entnahme von Teilproben von der im Gewicht von etwa 2 kg an 30 gleichmässig auf die gesamte Brennstoffmenge verteilten Stellen.

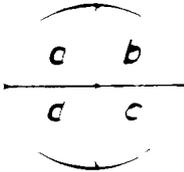
Bei Holz wird aus der Schüttung an etwa 30 Stellen in gleicher Weise wie bei Kohle jeweils eine Probemenge von etwa 3 kg zweckmässig mit beiden Händen entnommen, wobei darauf zu achten ist, dass hinsichtlich Stückgrösse und Holzart keine Auslese oder Entmischung erfolgt.

3. Aufbereitung der Probe

Die Gesamtprobe wird auf einer glatten rostfreien Eisenplatte zur Vermeidung von zusätzlichem Abrieb vorsichtig in Form eines Kegels

Probenahme und-aufbereitung von Festkraftstoffen

aufgeschichtet und durch wiederholtes Umschaufeln unter jeweiliger Kegelbildung gut durchgemischt. Der letzte Kegel wird kreisförmig ausgebreitet und symmetrisch geviertelt, zweckmässig mittels eines Blechkreuzes. Zwei gegenüberliegende Abschnitte z.B. a und c (s. Abbildung) werden für die Siebanalyse und die Bestimmung der Trommelfestigkeit herausgenommen.



Die verbleibenden Teile b und d werden z.B. bei Anthrazit, Saunwelkoks und Holzkohle- nach evtl. Verwendung für die Schüttgewichtsbestimmung-auf der Eisenplatte zerkleinert. Die Probe kann auch z.B. für Holz in einer gut gereinigten, geeigneten Zerkleinerungsvorrichtung verarbeitet werden. Nach dem Zerkleinern wird das Probegut wieder gut durchgemischt und geviertelt.^{x)} Zwei gegenüberliegende Abschnitte, in diesem Fall b und d, werden beiseite geworfen. Die verbleibenden Teile a und c werden gut gemischt. Man fährt dann mit dem Zerkleinern, Mischen und Einengen des verbleibenden Probegutes so lange fort, bis etwa 1 - 2 kg übrigbleiben, die restlos durch ein Prüfsieb DIN 1170 5,0 mm Rundlochung hindurchgehen müssen. Vor jedem Teilen muss der Kraftstoff soweit zerkleinert werden, dass die Probe auch dann nicht beeinflusst würde, wenn das grösste Stück ein reiner Stein wäre und ungeteilt in die weiter zu verarbeitende Probe käme.

Die Probe wird nun lufttrocken gemacht und hierauf durch Walzen oder Mahlen weiter zerkleinert. Mit dem Zerkleinern und Teilen wird so lange fortgefahren, bis etwa 0,5 kg Probegut von einer Korngrösse, die dem Durchgang durch ein Sieb mit dem Prüfsiebgewebe 0.6 DIN 1171 (100 Maschen/cm²) entspricht, übrigbleibt. Von diesem Probegut wird die für die analytische Bestimmung notwendige Menge durch weiteres Einengen entnommen und auf geeignete Weise so fein gepulvert, dass sie durch ein Sieb mit dem Prüfsiebgewebe 0.20 DIN 1171 (900 Maschen/cm²) restlos hindurchgeht.

Holz und grobstückige Holzkohle (Feuerbettkohle) werden in gleicher Weise wie die Kohlekraftstoffe eingeschränkt.

Proben von Presslingen oder Torfsoden werden nach der Abzählmethode eingeschränkt, indem jedes zweite Stück für die Trommelfestigkeitsbestimmung nach Vornahme der Schüttgewichtsbestimmung abgezweigt wird.

x) Für die Vierteilung von Probegut kleiner Körnung empfiehlt sich die Verwendung eines Vierteilungsgerätes. (Rzesacz: " Probenahme und Probenehmer", Glückauf 71 (1935) S. 702, Plessow: "Probe-nahme in Steinkohlenwäschen", Bergbau 50 (1937) S. 411.

Korn- und Stückgröße von Festkraftstoffen

Allgemeine:

Die Bestimmung der Korn- und Stückgröße bezweckt die Ermittlung des Gehaltes an Oberkorn und Unterkorn sowie der Anteile an Grus und Staub in Unterkorn. Unterkorn hindert den Gasdurchgang durch den Gaserzeuger und führt zu wesentlicher Verschmutzung des Gases. Oberkorn ergibt störende Brückenbildung und schlechte Vergasung.

1. Körnige Kraftstoffe:

Anthrazit, Magerkohle, Schwelkoks und Holzkohle.

1. Prüfgerät:

Die Prüfung erfolgt mit Sieben nach DIN 1170. Es werden für die Durchführung einer Prüfsiebung, z.B. der Normalkörnung 6 - 18 mm benötigt:

a) 2 Handsiebe von etwa 600 mm ϕ mit Rundlochung, Lochdurchmesser von 18 und 5 mm, mit 100 mm hohem Blech- oder Holzrahmen; zweckmässig dazu passend ein Holzkasten mit Winkelleisen, sodass Auffanggefässe und die Handsiebe übereinander eingeschoben werden können.

b) 2 Handsiebe von 200 mm ϕ mit Rundlochung, Lochdurchmesser von 3 und 1 mm, mit 50 mm hohem Blech- oder Holzrahmen, mit Auffanggefäss und Deckel versehen.

2. Durchführung der Prüfsiebung

Die nach Blatt 1 entnommene Probe ist ausgebreitet solange an der Luft zu trocknen, bis die Oberflächenfeuchtigkeit verschwunden ist und kein Körnchen mehr an größeren Korn haften bleibt. Es werden etwa 10 kg eingewogen, von denen Teilmengen in der Weise gesiebt werden, dass jeweils nur soviel Probegut in so dünner Schicht auf das Sieb gebracht wird, dass jedes Korn Gelegenheit hat, beim vorsichtigen Rütteln des Siebes durch ein Loch zu fallen. Bei der Siebgröße von 600 mm ϕ sind etwa drei Teilsiebungen notwendig. Nach Aufgabe der Probe werden die zweckmässig übereinander eingeschobenen Siebe, z.B. mit den Lochdurchmessern 18 und 5 mm für die Sollkörnung 18 - 6 mm vorsichtig (zur Vermeidung zusätzlicher Abriebbildung) so lange gerüttelt, bis praktisch kein Korn mehr durchfällt. Hierbei werden im Zweifelsfalle wegen der stengeligen Form des Kohlenkorns nur solche Körner als Oberkorn angesehen, bei denen mindestens zwei Abmessungen grösser sind als die Lochung des Prüfsiebes. Unterkorn ist der Anteil, der in allen Abmessungen kleiner ist als die kleinste Sollkörnung. Da diese Feststellung praktisch schwierig ist, wird als Unterkorn nur der Anteil festgelegt, der durch ein Sieb mit etwa 20% kleinerer Sieböffnung (z.B. bei 6 mm Sollkörnung ein Sieb von 5 mm Rundloch) hindurchgeht.

Das Unterkorn wird zur Ermittlung des Grus- und Staubgehaltes auf 3 und 1 mm Sieben nochmals abgeseibt. Dabei werden in das Sieb nicht mehr als höchstens 300 g Abiebgut aufgegeben. Das Sieb ist mit einer Hand zu fassen und in leicht geneigter Lage gegen die andere Hand zu schlagen. Nach je 25 Schlägen wird das Sieb um 90° gedreht. Die Siebung ist beendet, wenn praktisch kein Korn mehr durchfällt.

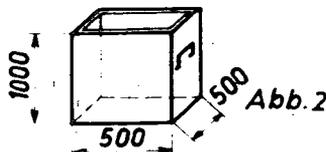
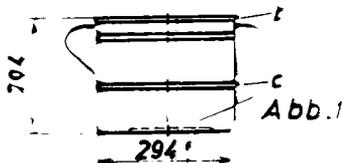
Schüttgewicht von Festkraftstoffen

1. Allgemeine:

Das Schüttgewicht ist das Gewicht des in 1 m^3 Bunker- oder Lager-
raum enthaltenen Kraftstoffes bei lockerer Schüttung. Durch Mul-
tiplizieren des Schüttgewichtes mit dem Heizwert des Kraftstoffes
ergibt sich die für die Reichweite einer Generatorfüllung wichtige
Kenngrösse des Kubikmeterheizwertes.

2. Prüfgerät und Durchführung der Prüfung

Das Schüttgewicht wird durch lockeres Einfüllen des Kraftstoffes
in das Messgefäss ermittelt. Für körnige Kraftstoffe (Unter 30 mm
Korngrösse) wird ein rundes Messgefäss von 20 Liter Inhalt, mit
Durchmesser und Höhe gleich 294 mm (Abb. 1), verwendet. Mit diesem
Gefäss können auch Generatorbriketts geprüft werden, wenn ein Zu-
schlag von 3% zu den erhaltenen Werten hinzugerechnet wird. Für
Holz und Torf wird ein rechteckiges Messgefäss von 250 l Inhalt
mit der Grundfläche 500 x 500 und der Höhe 1000 mm (Abb. 2) benutzt.



Die Messgefässe müssen formhaltig ausgeführt werden, was bei dem
20 Liter-Gefäss (Abb. 1) durch eingepresste Sicken a und einen
angerollten Rand b erreicht wird. Der Behälter nach Abb. 2 wird
zweckmässig aus Holz angefertigt. Die Masshaltigkeit wird nach
etwa 100 Messungen nachgeprüft. Als Gesamtfehler des Rauminhaltes
werden 3% zugelassen.

Das Messgefäss wird erschütterungsfrei aufgestellt, und es ist beim
Füllen darauf zu achten, dass die Probe durch sorgsame Probenahme
(vergleiche Blatt 1) dem Durchschnitt des zu prüfenden Kraftstoffes
entspricht. Auch beim Einfüllen ist Entmischung sorgsam zu vermei-
den. Bei körnigen Kraftstoffen lässt man die Probe durch einen
Trichter, der auf dem Messgefäss aufsitzt (Auslauf in Gefässmitte),
in dieses einfließen. Der Kraftstoff wird bis auf Messgefässober-
kante einmal abgestrichen. Bei Holz und Torf ergibt sich nach dem
Abstreichen, dass grössere Stücke hervorstehen. Diese werden lose
in Lücken eingelegt oder entfernt. Das gefüllte Messgefäss wird
auf einer Waage, dessen Tragfähigkeit dem Gewicht der Probe ange-
passt ist, mit einer Genauigkeit von $\pm 2\%$ gewogen.

3. Angabe der Ergebnisse

Das Schüttgewicht wird in kg/m^3 angegeben. Die Bestimmung ist
zweimal mit neuem Kraftstoff zu wiederholen und der Mittelwert
hieraus zu bilden. Da das Schüttgewicht stark vom Wassergehalt des
Kraftstoffes abhängt, wird dieser mit angegeben, z.B. in der Form
 $450 \text{ kg}/\text{m}^3$ (9% Wassergehalt).

Trommelfestigkeit von Festkraftstoffen

1. Allgemeine

Die Trommelfestigkeit gibt Aufschluss über die beim Transport und Entladen zu erwartende Unterkornbildung. Durch die Trommelfestigkeit werden die Sturzfestigkeit und die Abriebfestigkeit erfasst. Diese Prüfung kommt nur bei Anthrazit, Schmelzkoks, Holzkohle, Braunkohlenbriketts u. Torf, jedoch nicht für Holz in Betracht.

2. Prüfgerät

Es wird die verschälerte Syndikatstrommel (Abb.) angewendet, deren Durchmesser mit Rücksicht auf die Beanspruchung auf Sturzfestigkeit mit 1000 mm lichter Weite beibehalten, die Breite dagegen entsprechend dem geringeren Einsatz (10 kg anstatt 50 kg) auf 250 mm vermindert wurde.

An der inneren Wandfläche der Trommel werden 4 unter 90° versetzte Winkelbleche $100 \times 100 \times 10$ mm aufgenietet oder aufgeschweisst. Sämtliche Nieten müssen im Innern versenkt angebracht werden. Im Trommelmantel befindet sich eine mit einem gewölbten übergreifenden Deckel gut verschließbare Öffnung von 800×150 mm. Die Trommel wird auf einer nicht durchgehenden 50 mm starken Achse befestigt, waagrecht gelagert und durch einen Elektromotor mit Schneckenradvergelege angetrieben. Die Drehzahl der Trommel beträgt 25 U/min. Die Anbringung eines Umdrehungszählers ist erwünscht.

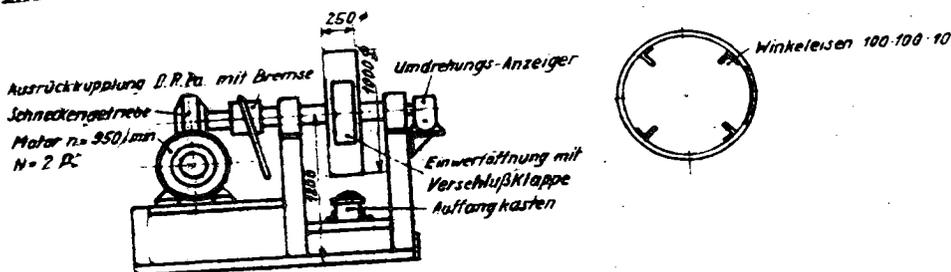
3. Durchführung der Prüfung

Die für eine Bestimmung erforderliche Probemenge beträgt 10 kg. Die Prüfung wird mit luftgetrocknetem Kraftstoff, der vom Unterkorn (unter 5 mm) durch Absieben befreit ist, durchgeführt. Nach Einbringen des Kraftstoffes und Schliessen der Eintragsöffnung wird die Trommel mit 25 U/min in Bewegung gesetzt und es werden 90 Umdrehungen vorgenommen. Die Probe wird sodann wieder auf ein Rundlochsieb von 5 mm Lochdurchmesser gegeben, das Unterkorn abgesiebt und der Siebrückstand gewogen. Die Wägenauigkeit soll $1/2\%$ betragen.

4. Angabe der Messergebnisse

Als Trommelfestigkeit wird der Siebrückstand auf dem 5 mm Rundlochsieb in Gewichtsprozent angegeben z.B. 96 %.

Es werden jeweils zwei Bestimmungen durchgeführt. Zur Beurteilung des Kokes dient der Mittelwert der Einzelbestimmungen, welche eine Abweichung von $\pm 2\%$ haben dürfen.



Wasser- und Aschegehalt

Gehalt an flüchtigen Bestandteilen von Festkraftstoffen

Die Prüfung erfolgt nach DIN 53721 sowie DIN DVM 3725.

Allgemeine:

Für den Betrieb des Fahrzeuggenerators sind Wassergehalt, Aschegehalt, sowie Gehalt an flüchtigen Bestandteilen wichtig, die zusammen die Kurzanalyse bilden.

Der Wassergehalt wird in der Regel in zwei Stufen bestimmt:

- a) Grobe Feuchtigkeit: durch Trocknen der Brennstoffe an der Luft bis zur praktischen Gewichtskonstanz.
- b) Hygroskopische Feuchtigkeit in den lufttrockenen Brennstoffen, nach dem Xylolverfahren, bzw. mit Tetrachloräthan, oder durch Trocknen im Trockenschrank bei $106 \pm 2^\circ$ und Atmosphärendruck.

Hinsichtlich der Asche ist zu bemerken, dass durch den Verbrennungsvorgang ein veränderter sekundärer Rückstand entsteht. Die Asche kann daher nicht den ursprünglichen in der Kohle vorhandenen Mineralstoffen oder auch nicht den Feuerungsrückständen im Betrieb (Asche und Schlacke) gleichgesetzt werden, da deren Menge abhängig ist von den Verbrennungsbedingungen.

Die Bestimmung der flüchtigen Bestandteile wird durch Verkokung des Kraftstoffes durchgeführt und aus dem Gewichtsverlust, abzüglich der hygroskopischen Feuchtigkeit, die Menge der flüchtigen Bestandteile errechnet.

A Bestimmung des Wassergehaltes

1. Grobe Feuchtigkeit:

Die nach Blatt 1 erhaltene Probe wird gewogen und bis zur Gewichtskonstanz an der Luft bei etwa 20° und $60 \pm 10\%$ relativer Luftfeuchtigkeit getrocknet. Aus dem Gewichtsunterschied wird die grobe Feuchtigkeit in Gewichtsprozenten, bezogen auf das ursprüngliche Gewicht, errechnet. Die so erhaltene lufttrockene Probe wird auf weniger als 1 mm Korngröße zerkleinert. Ein Teil wird zur Bestimmung der hygroskopischen Feuchtigkeit verwendet, der Rest oder ein Teil davon wird auf eine Korngröße von weniger als 0,2 mm gebracht und dient für weitere analytische Untersuchungen (lufttrockene Analysenprobe).

2. Hygroskopische Feuchtigkeit

Das Xylolverfahren oder das Verfahren mit Tetrachloräthan sind allgemein zweckmässig bei Proben mit höheren Wassergehalten; sie müssen bei allen trocknungsempfindlichen Brennstoffen angewendet werden. Trocknungsempfindlich sind alle jüngeren fossilen Brennstoffe und Hol.

a) Bestimmung nach dem Xylolverfahren

25 g, bei geringem Wassergehalt 50 g, der lufttrockenen, unter 1 mm Korngröße zerkleinerten Probe werden in einem Kurzhals-Randkolben 500 mit aufgelegtem Rand, DEMOG 5, eingewogen, bei Verwendung eines Rückflusskühlers mit 100 g, bei Verwendung eines absteigenden Kühlers mit 200 g technischem, wassergesättigtem Xylol überschichtet und gut durchgeschüttelt. Das Kraftstoff-Xylol-Gemisch wird in dem Kolben zunächst langsam, dann schneller erhitzt. Die entweichenden Dämpfe

Ausgabe September 1944

Wasser und Aschegehalt

Gehalt an flüchtigen Bestandteilen von Festkraftstoffen

werden im Kühler verflüssigt und in einem Messgefäß aufgefangen. Das Messgefäß lässt eine Ableseung von $1/10 \text{ cm}^3$ oder besser $1/20 \text{ cm}^3$ zu. Der Übergang vom engen Messrohr zum weiten Teil des Messgefäßes muss allmählich verlaufen, damit möglichst keine überdestillierten wassertröpfchen festhaften.

Empfohlen wird die Benutzung der für kontinuierliche Destillation geeigneten Vorlagen. Bewahrt hat sich das Prüfgerät nach DIN DVM 3656 - Prüfung von Schmierstoffen, Wassergehalt -. Die Destillation ist beendet, wenn das Xylol klar abfließt. Gegen Ende der Destillation wird die Kühlung abgestellt, wodurch sich das Kühlwasser im oberen Teil des Kühlers stark erwärmt. Man lässt es dann stufenweise ab, so dass die heissen Xyloldämpfe die wenigen im Innern des Kühlrohres anhängenbleibenden wassertröpfchen mitnehmen. Das Volumen der vom Xylol scharf abgesetzten Wassermenge wird bei Dimmertemperatur abgelesen und ergibt auf 100 Gewichtsteile bezogen, die hygroskopische Feuchtigkeit der lufttrockenen Substanz. Für die Aufstellung der erforderlichen Bezeichnung des Prüfgerätes werden gemessene Wassermengen (1, 2 u. 5 cm^3) in den Koben gebracht und mit der vorgeschriebenen Xylolmenge in ähnlicher Weise destilliert.

a) Bestimmung mit Tetrachloräthan

50 g der lufttrockenen, unter 1 mm Korngröße zerkleinerten Probe (bei einem Wassergehalt von mehr als 20% nur 25 g) werden in einem Kürzhals- und oben 500 mit aufgelegtem Sand, D.M. OG 5, eingewogen und mit 180 cm^3 Tetrachloräthan gemischt und das Gemisch abdestilliert. Das Tetrachloräthan muss entweder bereits gebraucht sein oder ist mit Wasser vorher zu sättigen (Aufnahme etwa 0,2 Volum-%). Die entweichenden Dämpfe werden im Kühler verflüssigt und in einem kolbenförmigen Messgefäß von etwa 120 cm^3 Inhalt mit einem als Messrohr ausgebildeten Hals aufgefangen. Das Messgefäß muss eine Ableseung von $1/10 \text{ cm}^3$, besser $1/20 \text{ cm}^3$ zulassen. Sobald der obere und untere Wasserspiegel in der Skala erscheint, kann die Destillation unterbrochen werden, weil dann die gesamte Wassermenge überdestilliert ist. Erfahrungsgemäss ist zu dem abgelesenen Wert ein Zuschlag von 0,1 bis 0,2 cm^3 zu machen, weil diese Wassermenge vermutlich als Wasserdampf im Kolben verbleibt oder durch austretende Luft mitgerissen wurde. Der Fehler wird im besten für jedes Prüfgerät durch Destillation einer bestimmten Wassermenge bestimmt.

b) Bestimmung im Trockenschrank

Dieses Verfahren kann bei Steinkohlenkoks und nicht trocknungsempfindlichen Steinkohlen angewendet werden. 1 bis 5 g der lufttrockenen, zerkleinerten Probe werden in einem geeigneten flachen Gefäß, dessen Bodenfläche eine Schichtdicke von höchstens 4 mm zulässt, mit einschiffrenem Deckel im Trockenschrank bei 106 ± 2 bis zur Gewichtskonstanz getrocknet und bei lose aufgelegtem Deckel im Exsikkator abgekühlt. Stw. zweistündiges Trocknen genügt in der Regel. Beim Herausnehmen aus dem Exsikkator wird der Deckel dicht aufgesetzt und die Probe gewogen; aus dem Gewichtsunterschied wird die hygroskopische Feuchtigkeit in Gewichtsprozent, bezogen auf das lufttrockene Gewicht, ermittelt.

K) stark hygroskopische Kraftstoffe sind wegen der Gefahr der Wiederaufnahme von Wasser nicht unnötig lange stehen zu lassen.

Wasser und Aschegehalt

Gehalt an flüchtigen Bestandteilen von Festkraftstoffen

5. Gesamtwassergehalt:

Der Gesamtwassergehalt G in Gewichtsprozent, bezogen auf das ursprüngliche Gewicht, ergibt sich aus der groben und der hygroskopischen Feuchtigkeit nach der Formel

$$G = a + \frac{b(100-a)}{100}$$

a bedeutet die grobe Feuchtigkeit in Gewichtsprozent, bezogen auf das ursprüngliche Gewicht, b die hygroskopische Feuchtigkeit, bezogen auf das lufttrockene Gewicht.

Der Wassergehalt ist auf 0,1% genau anzugeben.

Bei der unmittelbaren Bestimmung des Gesamtwassergehaltes werden Feuchtigkeitsproben von nicht trocknungsempfindlichen Brennstoffen im Trockenschrank sinngemäss nach der im Abschnitt A1 beschriebenen Weise behandelt (siehe Blatt 1 der vorliegenden Richtlinien). Proben von Braunkohle, Torf oder Holz werden nach dem Xylolverfahren oder dem Verfahren mit Tetrachloräthan behandelt.

8 Bestimmung des Aschegehaltes

1. Anwendungsbereich

Bei der Veraschung von Brennstoffen treten verschiedene chemische Umsetzungen der mineralischen Bestandteile ein, die einerseits Gewichtsverluste, wie z.B. durch Verflüchtigung von Alkalisalzen, durch Zersetzung von Carbonaten, Sulfaten und Schwefelverbindungen, andererseits Gewichtszunahmen, wie z.B. durch Oxydation von Sulfiden und Eisenverbindungen, verursachen, so dass die nach dem Prüfverfahren bestimmte Asche einen durch den Verbrennungsvorgang veränderten Rückstand darstellt. Sie kann demnach nicht gleichgesetzt werden, den ursprünglich in der Kohle vorhandenen Mineralstoffen, auch nicht den Feuerungsrückständen, weil deren Menge abhängig ist von den Verbrennungsbedingungen. Bei Rückstandbestimmungen für Verfeuerung oder Vergasung sind deshalb die Veraschungstemperaturen praktischen Verhältnissen anzupassen. Alkalische Kraftstoffe werden zweckmässig vor der Veraschung mit Wasser extrahiert und die wasserlöslichen Bestandteile gesondert bestimmt. In Kraftstoffen mit hohem Carbonatgehalt ermittelt man die Kohlensäure getrennt.

Bei Parallelbestimmungen soll die Abweichung der Einzelwerte vom Mittelwert $\pm 0,15\%$ nicht überschreiten, wobei zu berücksichtigen ist, dass bei Kraftstoffen mit geringen Aschegehalten sich dieser Wert verkleinert und man z.B. bei Aschegehalten von etwa 2% mit $\pm 0,05\%$ rechnen kann.

2. Prüfverfahren

In einer geeigneten flachen Veraschungsschale wird die lufttrockene oder wasserfreie Probe im Muffelofen mit Gas oder elektrischer Beheizung bis zur vollständigen Verbrennung aller organischen Bestandteile erhitzt. Bei Beginn ist die Temperatur niedrig zu halten, anschliessend auf $775 \pm 25^\circ$ zu steigern (Dauer etwa 2 Stunden). Von Zeit zu Zeit, besonders gegen Ende der Veraschung, kann mit einem

27158

Wasser- und Aschegehalt

Gehalt an flüchtigen Bestandteilen von Festkraftstoffen

ausgeglühter Platindraht vorsichtig umgerührt werden. Für guten Luftdurchtritt in der Veraschungsmuffel ist zu sorgen. Bei gasbeheizten Muffelöfen dürfen die Abgase des Heizgases nicht in den Muffelraum dringen.

3. Angabe der Messergebnisse

Der Aschegehalt ist in Gewichtsprozent (g/100 g) auf 2% des absoluten Wertes gerundet anzugeben.

C Bestimmung der flüchtigen Bestandteile

Die flüchtigen Bestandteile des Kraftstoffes ergeben sich als Restwert bei der Verkokungsprüfung, die im Quarzglasiegel bei elektr. Beheizung oder im Platintiegel bei Gasbeheizung vorgenommen wird.

1. Prüfung im Quarzglasiegel bei elektrischer Beheizung

a. Prüfgerät

Quarzglasiegel mit Deckel (Heraeus-Quarzglas GmbH Hanau) im Gesamtgewicht von etwa 27 bis 29 g (Wanddicke etwa 2mm), mit 25 mm lichten Durchmesser und 45 mm Höhe, mit aufgelegtem flachem 4 mm breitem geschliffenem Rand dicht schliessender eingelassener Deckel mit geschliffener Handauflagefläche. Der Tiegel hat zum Einhängen, 15 mm vom oberen Rand entfernt, gleichmässig verteilt 3 Zapfen von je 5 mm Länge. Jeder Muffelofen ist geeignet sofern seine Wärmekapazität ausreicht um z.B. bei Einsatz von 6 kalten leeren Tiegeln in 7 Minuten seine Temperatur von 875° wieder zu erreichen.

b. Ausföhrung der Prüfung

Der Versuch wird bei einer Temperatur von 875° 5 Minuten lang durchgeführt und zwar gemessen von dem Zeitpunkt an, an dem diese Endtemperatur nach dem Einsetzen der Proben in den auf 875° vorgewärmten Ofen wieder erreicht wird. Die Temperaturtoleranz beträgt $\pm 10^\circ$. Gemessen wird die Temperatur mit Hilfe eines Platin-Platinrhodium-Elementes, dessen ungeschützte Lötstelle sich in der Mitte zwischen der Tiegelwand etwa 3 mm unterhalb der Gestellplatte befindet und eines zugehörigen Anzeigegerätes mit 10°-Einteilung, unter Berücksichtigung der notwendigen Korrekturen.

c. Angabe der Messergebnisse

Die flüchtigen Bestandteile ergeben sich als Rest aus dem Unterschied von Linwaage minus Asche und Wasser.

2. Prüfung im Platintiegel bei Gasbrennerbeheizung.

a. Prüfgerät

Geleiteter Platintiegel und Deckel mit vollmattierter hellgrauer, glatter Oberfläche im Gesamtgewicht von $25 \pm 0,5$ g (Gebrauchsgrenze = 1 g), mit 20 mm Bodendurchmesser, 35 mm oberem Durchmesser und 40 mm Höhe, dicht schliessender abgreifender Deckel mit einem Loch von 3 mm Durchmesser in der Mitte.

Die Verkokung wird mit einer gut entleuchteten Bunsenflamme (Bunsenbrenner von 8 bis 10 mm Brennerrohrdurchmesser) vorgenommen. Die Flamme soll 180 mm hoch sein. Der Tiegelbogen muss sich 60 mm über

Kohlenstoff- und Wasserstoffgehalt von Festkraftstoffen

Brennstoffproben Verstopfungen des Rohres eintreten können. Zur Absorption der Verbrennungserzeugnisse werden U-Röhren aus Glas mit Schiffschiffen verwendet, die untereinander und mit der ausgezogenen Spitze des Verbrennungsrohres durch 20 bis 30 mm lange Gemischschlauchstücke verbunden sind. Das erste U-Rohr hinter dem Verbrennungsrohr dient zur Absorption des Wassers und ist mit Calciumchlorid, konzentrierter Schwefelsäure oder Phosphorpentoxid gefüllt. Das zweite Absorptionsgefäß enthält Kalilauge (1:3) und dient zur Absorption der Kohlensäure.

2. Ausführung der Bestimmung

Zur Verbrennung werden 0,25 bis 0,5 g der lufttrockenen und nach Blatt 1 aufbereiteten Probe auf 0,1 mg genau eingewogen. Vor der Einföhrung der Probe in das Verbrennungsrohr auf 700 bis 750° geheizt. Nach Anschliessen der AbsorptionsgefäÙe an das Rohr und Einföhrung des Schiffchens mit der Probe wird Sauerstoff durch das Gerät mit einer Stromgeschwindigkeit von etwa zwei BläÙen je Sekunde geleitet. Die Probe wird durch allmähliches Erhitzen des Teiles des Rohres in dem sie untergebracht ist, verbrannt. Man lässt am besten die Brennstoffprobe, wenn sie gezündet hat, ohne weitere Beheizung zunächst glühen und heizt erst weiter, wenn der Funke im Schiffchen erloschen ist. Beim Abschluss einer jeden Verbrennung muss das Rohr einige Minuten mit verstärktem Sauerstoffstrom durchgespült werden. Nach Auswägen der AbsorptionsgefäÙe wird der Kohlenstoff- und Wasserstoffgehalt in Gewichts-% errechnet.

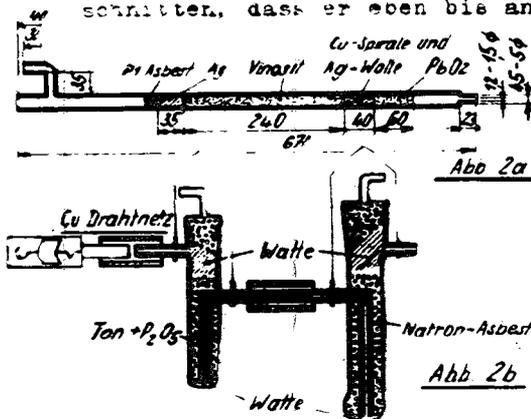
B Bestimmung von Kohlenstoff und Wasserstoff nach dem Verfahren von Pregl.

1. Versuchsrichtung

Ein Supremaxglasrohr von 9 bis 10 mm lichter Weite wird an einem Ende durch anschmelzen mit einem Ansatzrohr von 23 mm Länge versehen dessen Aussendurchmesser möglichst genau gleich dem der Ansatzröhre der AbsorptionsgefäÙe (Abb. 2b) sein muss. Der Aussendurchmesser beträgt 4,5 bis 5 mm, die lichte Weite 1 bis 1,5 mm. Die Rohrfüllung ist aus Abb. 2a zu ersehen. Zunächst wird eine etwa 10 mm lange Kupferwendel, die mit einem Dorn aus 0,8 mm dickem Kupferdraht versehen ist, eingeföhrt. Der Dorn soll aus dem Schenkel des Verbrennungsrohres herausragen und wird nach Beendigung der Rohrfüllung so abgeschnitten, dass er eben bis an das Ende der Rohrspitze reicht.

Er dient als Wärmeleiter und verhindert die Kondensation von Wasser am Ende des Verbrennungsrohres. Darauf folgt eine Schicht von 60 mm gekörnten Bleidioxid "zur Mikroanalyse nach Pregl". Das Rohr wird nach dem Füllen ausgewischt und die Bleidioxidschicht durch eine 40 mm lange aus Asbest, Silberwolle und einer Kupferwendel bestehende Schicht von dem nun folgenden eigentlichen Verbrennungskatalysator getrennt. Die etwa 5 mm lange Asbestschicht verhindert eine Überitung des Bleidioxides durch Wärmeleitung. Für das Halbmikro-Verfahren wird

Ausgabe September 1944.



Kohlenstoff- und Wasserstoffgehalt von Festkraftstoffen

Das aus den Oxiden von Kupfer, Blei, Zinn, Mangan und Silber bestehende Gemisch "Vinosit 2" verwendet. Zunächst wird nur eine 8 bis 20 mm dicke Schicht Vinosit in rascher Gefälle und gleichmäßig auf 20 cm Länge verteilt. Dann wird das Rohr um 180° gedreht in den Ofen eingeschoben und der Ofen aufgereizt. Nach 30 min ist diese Vinositschicht abstr. festgesintert. Nach dem Abkühlen wird mit Vinosit nachgefüllt, bis der Ofen wieder halbwegs und dann 10 bis 15 cm Platinabstr. darauf gegeben und das Rohr nunmehr in der normalen Lage in den Ofen eingeschoben.

Der richtig defizierte Kalziumkristall soll je cm³ Wasserstoff je Minute hindurchlassen.

Non-Durchlassbarkeit ist namentlich bei Verforehnen leicht flüchtiger Stoffe wichtig.

Die Absorptionschicht wird durch die Vakuumpumpe auf 10⁻³ gehalten. Der frisch defizierte Rohr muß etwa 4 h lang im Wasserstoffstrom abgekühlt werden. Darauf Verforehnen mit, ohne zu wagen, zweimal je 10 cm eine Wasserstoffschicht einströmen, z.B. Acetaldehyd, mit anschließender Absorption in Gefäßen, um Nachfüllung und Absorptionsmittel mit den Verforehnenströmungen im Ofen zu bringen. Der Wasserstoffstrom wird erst nach Erkalten des Ofens abgestellt. Als Absorptionsmittel im Ofen dient wasserfreie Magnesiumchlorid oder ein Gemisch von Phosphorpentoxid und etwa gleichen Teilen kleiner Porenscheeren. Die Kohlenäure wird mit Kaliumasbest gebunden.

Um vollständig durch untermedialen Luftauftrieb der Absorptionsgefäße zu vermeiden, wird ein zweites Paar Absorptionsgefäße als Gegenwehr benutzt. Die an Stelle von Kaliumchlorid oder Phosphorpentoxid mit Kaliumperchlorat (Dichte 2,2 kg/cm³) gefüllt sind. Die Waage muß eine Empfindlichkeit von 0,2 mg je Felderach haben.

Die Gegenwichte werden während der Verforehnen unmittelbar neben die Absorptionsgefäße gehängt. Damit diese möglichst genau den gleichen Temperatur- und Feuchtigkeitverhältnissen ausgesetzt sind.

1. Aufklärung des Problems

Zunächst werden die Absorptionsgefäße - ohne mit Glas angeschlossen der Ofen, ohne den elektrischen Brenner auf Betriebstemperatur (etwa 700°) gebracht und der Wasserstoffstrom auf 10 cm³ je Minute einreguliert. Dann werden je bis 20, keinesfalls mehr als 30 mg der lufttrockenen, nach Strahl aufbereiteten Probe in einem geeigneten Schmelzen aus besten aus Platinblech, möglichst genau eingewogen - ein Kalkulier bei der Einwaage wirkt sich viel stärker aus als bei den Absorptionsgefäßen - und in den Ofen so tief eingeführt, daß der Abstand zwischen Schmelzen und Kontaktstoff 3 bis 5 mm beträgt.

Nach Anschließen der Absorptionsgefäße und Durchleiten von Wasserstoff wird der bewogene Brenner bei Herstellung 25 entzündet und seine Temperatur so eingestellt, daß die Verbrennung nach frühestens 5, spätestens 12 min praktisch beendet ist. Nach 35 min ertönt ein Klingelschellen, das das Rohr der Analyse anzigt. Um die entstandene

Heizwert von Festkraftstoffen

Die Prüfung erfolgt nach der DVA 3716.

1. Allgemeine

Die Angabe des unteren Heizwertes sowie des oberen Heizwertes (Verbrennungswärme) soll für lufttrockene Probe und für die Rohprobe erfolgen. In vielen Fällen ist für die Beurteilung des Kraftstoffes nach der Berechnung des Heizwertes auf Reinkohle, also auf den Kraftstoff ohne Asche- und Wassergehalt, zweckmässig. Aus dem unteren Heizwert, bezogen auf Rohprobe und dem Schüttgewicht (siehe Blatt 6) wird der H^* -Heizwert der Kraftstoffe errechnet.

Wegen die Grösse des unteren Heizwertes der Reinkohlen liegen etwa folgende Werte fest:

	Kohl, kg	3400 Holz	Kcal, kg	4500
Reinkohlen	"	2000 Braunk.-Briketts	"	3100
Schwärze	"	7800 Torf	"	5000

2. Prüfverfahren

Zur Bestimmung des oberen Heizwertes dient das Bertelot-Kalorimeter mit 280 - 300 cm³ Inhalt. Die genaue Versuchsanordnung dieses allgemein bekannten Gerätes ist aus der Betriebsvorschrift, die diesem Gerät beige, zur Verfügung ist, ersichtlich.

3. Durchführung des Prüfens

Der Kraftstoff kann in pulveriger Form oder in Brikettform verwendet werden. Die Kraftstoffmenge wird so gross gewählt, jedoch nicht grösser als 1 cm³, dass der Temperaturanstieg des Kalorimeters bei der Verbrennung 1-2° beträgt. Ausser dem Kraftstoff werden noch 5 cm³ destilliertes Wasser in die Kalorimeterbombe eingefüllt. Der Druck des wasserstofffreien Sauerstoffs soll in der Bombe bei der Wasser- und Heizwertbestimmung 25-30 kg/cm² betragen. Die Messung beginnt nach Erreichten Temperaturgleiches, wobei die Anfangstemperatur der Bombe zweckmässig 1,5-2° unter der Temperatur des Isoliergefässes liegt. Der Versuch beginnt, sobald der Temperaturanstieg in 1 min un-
 terschiedlich bleibt. Die Temperaturen werden etwa 6 x 60 zu 60 s aufgeschrieben. Mit der letzten Ablesung, die zugleich als erste der nächsten Versuchs dient, wird der Zündstrom zum Verbrennen des Kraftstoffes unterbrochen.

Der nächste Versuch soll in gleicher Weise fortzusetzen. Die Temperaturen müssen wieder gleichmässig verlaufen. Die letzte Ablesung des Hauptversuches gilt zugleich als erste des nächsten Versuches. Beim nächsten Versuch sind die Temperaturen etwa 20-30 Grad von der ersten zu nehmen.

4. Angabe der Messergebnisse

Die unteren und oberen Heizwerte H^* müssen in Kcal/kg angegeben.

Schwefelgehalt von Festkraftstoffen

Die Prüfung erfolgt nach DIN Entwurf 53722.

Allgemeines:

Der Schwefelgehalt des Gases ist mit für die Korrosion in der Generatorgasanlage und im Motor verantwortlich. Grundsätzlich wird nur der Gesamtschwefel gemessen. Hierfür stehen 2 Verfahren zur Auswahl:

- a) Bestimmung durch Verbrennung des Kraftstoffes im Sauerstoffstrom,
- b) Bestimmung nach dem Eschka-Verfahren.

Beide Verfahren liefern praktisch gleiche Werte. Die Bestimmung erfolgt bei Torf ausschliesslich im Sauerstoffstrom.

A Bestimmung des Gesamtschwefels durch Verbrennung im Sauerstoffstrom

a) bei Kohle

1. Prüfeinrichtung:

Die Versuchseinrichtung besteht im wesentlichen aus einer Sauerstoffbombe mit Druckminderventil, einer Waschflasche mit konzentrierter Schwefelsäure, einem etwa 22 cm langen, elektrisch geheizten Ofen mit Porzellanrohr und einem Absorptionsgefäß von etwa 175 cm³ Inhalt mit Aufsatz von 40 cm³ Inhalt, ferner ist ein Strömungsmesser einzuschalten. Das Porzellanrohr von etwa 18 mm lichter Weite und 500 mm Länge wird durch zwei einfach durchbohrte Gummistopfen verschlossen; eine davon bildet die Verbindung mit dem Absorptionsgefäß, durch den anderen führt ein kurzes, rechtwinklig gebogenes Glasrohr für die Zuleitung des Sauerstoffes. Der Gummistopfen und etwa 1 cm des Porzellanrohres werden mit Asbestschnur umwickelt und diese durch Auftropfenlassen vom Wasser dauernd feucht gehalten.

2. Ausführung der Prüfung

Das Absorptionsgefäß wird mit 50 cm³ und der Aufsatz mit 20 cm³ einprozentiger Wasserstoffsperoxydlösung (hergestellt durch Verdünnen von Perhydrol mit destilliertem Wasser) gefüllt und im Ofen auf die Verbrennungstemperatur von etwa 1250° gebracht. 1 g der nach Blatt 1 aufbereiteten Probe wird auf 0,0001 g genau in einem Porzellanverbrennungsschiffchen eingewogen, sofort mit einem dünnen Stahlstab in die Glühzone gesetzt und das Rohr mit dem Gummistopfen verschlossen. Dann wird Sauerstoff in heftigem Strom (etwa 45 bis 50 l/h) hindurchgeleitet. Nach insgesamt 8 min. ist die Verbrennung beendet und sämtlicher Schwefel befindet sich als Schwefelsäure in der Vorlage. Unter weiterem Zuleiten von Sauerstoff wird mit 720-n Natronlauge und unter Zusatz von einigen Tropfen Methylrot (0,15 g/100 cm³ Alkohol) zunächst der Inhalt des Aufsatzes und dann der des Absorptionsgefäßes bis zum Farbumschlag titriert. Ist dieser erreicht, wird das Einleitungsrohr des Absorptionsgefäßes mit der Wasserstoffsperoxydlösung ausgespült, indem der Quetschhahn, der zwischen Sauerstoffbombe und Waschflasche an einem Flansch angebracht ist, geöffnet wird, um die Lösung im Einleitungsrohr zurücksteigen zu lassen. 1 cm³ der 720-n Lauge entspricht 0,08% Schwefel.

Schwefelgehalt von Festkraftstoffen

Die restlose Erfassung des Schwefelgehaltes ist gewinnsicher, wenn die Waage vollkommen verschlackt ist. Erforderlichenfalls ist die Bestimmung bei höherer Temperatur (bis zu 1400°) zu wiederholen. Nach Durchführung einiger Verbrennungen kann häufig am Ende des Porzellanrohrs ein dünner Belag beobachtet werden, der geringe Schwefelmengen enthält. Diese Mengen, die je Versuch etwa 0,005% Schwefel betragen, sind aber so gering, dass sie innerhalb der Fehlergrenze liegen und daher unberücksichtigt bleiben können.

b, bei Anthrazit, Braunkohle, Steinkohle und Torf.

1. Prüfapparatur

Die allgemeine Versuchseinrichtung ist die gleiche wie bei der Schwefelbestimmung im Koks, jedoch werden an Stelle des einfachen Porzellanrohrs ein Sonderröhr und eine besondere Schiffcheneinführung verwendet. Das Sonderröhr, das die gleiche Länge und den gleichen Durchmesser wie das einfache Röhr hat und das nach der Seite des Absorptionsgefäßes etwa 12 cm aus dem Ofen herausragt, ist an einem Ende etwas geneigt und hat einen kleinen Konrstützen, um nach Beendigung der Verbrennung die Schwefelmengen, die von dem gebildeten Kondenswasser zurückgehalten werden, in das Absorptionsgefäß überspülen zu können. Die Schiffcheneinführung besteht aus einem T-Röhr, durch dessen waagerechten Schenkel ein beiderseits zugeschmolzenes Quarzröhr von etwa 5 mm Aussendurchmesser und 320 mm Länge führt, dessen im Innern des Rohres befindliches Ende gestaucht ist (siehe Abb. 1 bis 3). Das Quarzröhr ist gegen das Glasröhr durch ein übergezogenes Stück Gummischlauch abgedichtet, lässt sich aber leicht hin- und herbewegen. Röhr und Absorptionsgefäß werden durch ein Stück Gummischlauch verbunden, das über das Einleitungsrohr gezogen wird. Das Ende des Einleitungsrohres ist bis zum Innendurchmesser des Porzellanrohrs erweitert. Das Ansatzröhr wird mit Gummistoffen verschlossen und ebenso wie das geneigte Sonderröhr mit Asbestband umwickelt und durch Auftropfenlassen von Wasser gekühlt.

2. Ausführung der Prüfung

Das Röhr wird auf 1350° erhitzt und das Verbrennungsschiffchen mit 1 g in Waage zunächst nur soweit in den kalten äußeren Teil des Rohres gesetzt, dass es sich noch etwa 5 bis 6 cm vom Rohrende befindet; und dann Sauerstoff in lebhaftem Strom (40 bis 50 l/h) hindurchgeleitet. Die Kohle muss dann nach etwa 1/2 bis 1 min durch die ausstrahlende Wärme des Rohres brennen, andernfalls schiebt man das Schiffchen etwas weiter vor. Innerhalb 6 min sind die flüchtigen Bestandteile verbrannt; dann bringt man das Schiffchen mit dem im Abschnitt b) beschriebenen Quarzstab in die Mitte der Glühzone. Man besteht keine Gefahr mehr, dass unverbrannte Kohle- oder Teerbestandteile in das Absorptionsgefäß übergelangen. Nach insgesamt 10 min, vom Einsetzen der Probe an gerechnet, ist auch hierbei die Verbrennung beendet und die in der Vorlage befindliche Schwefelsäure wird mit 1/20-n Natronlauge titriert. Ist der Umschlagpunkt erreicht, so wird ohne vorher den Sauerstoffstrom abzustellen, der Gummistoffen von der Ansatzröhre entfernt, das Sonderröhr mit Kohlendioxidfrei, destilliertem Wasser abgewaschen und nach Wiederaufsetzen des Schiff-

Schwefelgehalt von Festkraftstoffen

steigens die Lösung zu Ende titriert. Das Ausfälligen wird mit einer
Niederschlag bis ein Teilchen der Natronlauge den Farbumschlag her-
beiführt. Nach der Aufnahme des Schiffchens muss auch hierbei die
Lösung vollkommen verschlackt sein.

Bestimmung des Gesamt-Schwefels nach Bechert für alle Kraftstoffe

1. g der Pulverproben (Durchgang durch das Sieb Nr. 20, 30
bis 117) lufttrocknen oder wasserfreien Probe wird in Platintie-
gelbe Schmelze in Pytha. Grasmasse von etwa 35 mm Höhe (Inhalt etwa
10 cm³ 10% Schwefel-Nachmischung (1 Teil wasserfreie Soda und
9 Teile Pythaschmelze sorgfältig gemischt und im Gemisch mit Soda
die Probe überdeckt, mindestens das der Schicht 10 mm). Gleichzeit-
ig die Probe mit dem gleichen Menge des Soda-Nachmischung nach
dem Bechertverfahren abgetrennt und abgeblasen.

2. Die Probe wird in den kalten Elektrolysen Apparat (siehe hierzu die
Beschreibung) in Schwefel-Säure eingeleitet oder durch einen Filter in den
Elektrolysen Apparat geleitet. In den Elektrolysen Apparat
nach dem Bechertverfahren eingeleitet werden. Bei der Bestimmung des Schwefel-
gehalts in Pulverproben durch Einleiten des Pulvers in die
Elektrolysen Apparat wird die Probe vor der Einleitung in die
Elektrolysen Apparat durch einen Filter abgetrennt und abgeblasen.

3. Die Probe wird in den kalten Elektrolysen Apparat (siehe hierzu die
Beschreibung) in Schwefel-Säure eingeleitet oder durch einen Filter in den
Elektrolysen Apparat geleitet. In den Elektrolysen Apparat
nach dem Bechertverfahren eingeleitet werden. Bei der Bestimmung des Schwefel-
gehalts in Pulverproben durch Einleiten des Pulvers in die
Elektrolysen Apparat wird die Probe vor der Einleitung in die
Elektrolysen Apparat durch einen Filter abgetrennt und abgeblasen.

4. Die Probe wird in den kalten Elektrolysen Apparat (siehe hierzu die
Beschreibung) in Schwefel-Säure eingeleitet oder durch einen Filter in den
Elektrolysen Apparat geleitet. In den Elektrolysen Apparat
nach dem Bechertverfahren eingeleitet werden. Bei der Bestimmung des Schwefel-
gehalts in Pulverproben durch Einleiten des Pulvers in die
Elektrolysen Apparat wird die Probe vor der Einleitung in die
Elektrolysen Apparat durch einen Filter abgetrennt und abgeblasen.

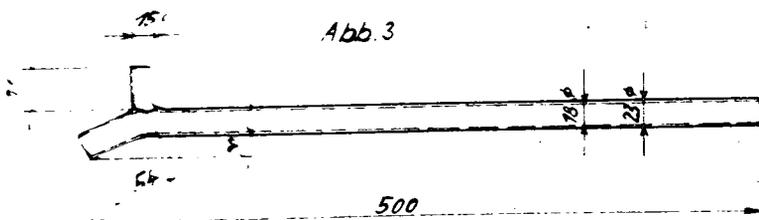
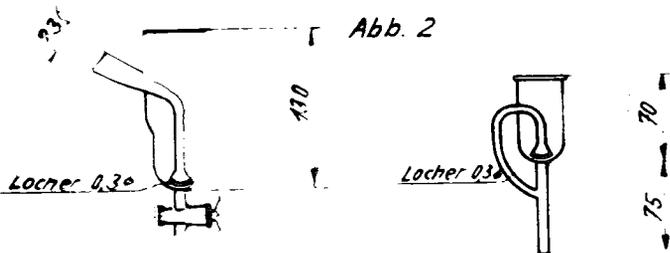
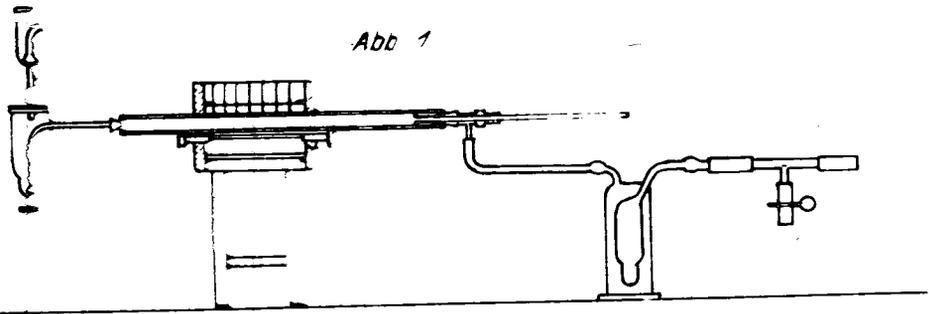
Schwefelgehalt von Festkraftstoffen

Wärme stengelassen. Das Filter mit dem Bariumsulfatniederschlag wird feucht in Platin- oder Porzellantiegel verascht und bei mäßiger Rotglut bis zur Gewichtskonstanz geglüht.

Berechnung des Schwefelgehaltes je 1 g Brennstoff:

$$\text{Schwefelgehalt in } \% = \text{g Bariumsulfat} \cdot 0,1373 \cdot 100$$

Der beim Blindversuch gefundene Schwefelgehalt ist abzuziehen. Bei genauen Einhalten der Vorschrift und sorgfältigem Arbeiten ist auch von verschiedenen Untersuchungsstellen eine Genauigkeit der Bestimmungen von $\pm 0,04$ % Schwefel, bezogen auf Kohle oder Koks, zu erreichen.



Teergehalt von Festkraftstoffen

1. Allgemeine

Der Teergehalt des Kraftstoffes spielt vor allem für die Gaserzeuger mit Aufstrom- und Querstromvergasung eine grosse Rolle, da hier der Teer grossenteils in das Generatorgas mit übergeht. Bei den für diese Gaserzeuger verwendeten teearmen Kraftstoffen müssen durch das Prüfverfahren auch kleinste Teer- oder Restteermengen noch genau erfasst werden. Beim Gaserzeuger für teerreiche Kraftstoffe mit Abstromvergasung ist der Teergehalt des Kraftstoffes weniger wichtig.

Teearme Festkraftstoffe

Anthrazit, Magerkohle, Schmelzkoks, Toffkoks, Holzkohle.

2. Probe

Von der auf unter 5 mm Rundlochung nach Blatt 1 zerkleinerten Gesamtprobe werden 100 g durch Viertelung (nach Blatt 1 Part. 5) abgezweigt und ohne weitere Zeraleinerung verwendet.

3. Prüfgerät (Blatt 9 S.5)

Benutzt wird die mit dem Heinze'schen Schmelzeinsatz versehene Eppendorf-Al-Schmelretorte nach Fischer-Schröder, mit einem Isoliermantel nach Heinze (G.W.F. 25 413/1943).^{x)} Für den Zusatz von Wasserdampf ist ein Dampfentwicklungsgefäss vorgesehen, das durch Gummischlauch mit der Schmelretorte verbunden werden kann. Auf das Dampfzuführungsrohr der Schmelretorte wird zwecks Überhitzung des Dampfes ein Aluminiumklotz von 90 mm Länge und 50 mm Durchmesser geschoben, der mit einer Bohrung für die Aufnahme eines Thermometers ausgestattet ist.

Das in Retortendeckel befestigte Dampfzuführungsrohr ragt in das Verteilerröhr des Tellereinsatzes nach Heinze, welches seinerseits 3 Teller von 75 mm Durchmesser und 9 mm Randhöhe beträgt. Die Teller werden jeweils durch 9 mm hohe Nasen des Randes getragen. Der unterste Teller hat drei Füsse und keine Bohrungen, während die zwei oberen Teller mit Bohrungen von 1 mm Durchmesser, jeweils vier in acht radialen Strahlen angeordnet, versehen sind. Das Verteilerröhr des Einsatzes ist in den Zwischenräumen zwischen den Tellern je zweimal für den Dampfaustritt eingesägt.

Über das Austrittsrohr der Schmelretorte wird ein eng anschliessendes gebohrtes Rohr geschoben, das an seinem senkrechten Teil einen wasserdichten Abschluss in Glockenform trägt und dessen angeblasenes Rohrstück in das Rohr eines senkrechten Liebig'schen Kühlers hineintrifft. Durch einen Gummistopfen (oberhalb der Kühlwasseraustrittsöffnung) wird im Oberteil des Kühlers eine Schüssel gebildet; das Rohr muss bis in den darunter befindlichen von Kühlwasser unspülten Unterteil reichen. Der Auslauf des Kühlers ragt in einen etwa 50 cm fassenden, oben offenen Scheidetrichter.

x) Soweit Al-Schmelretorten gegenwärtig nicht zu beschaffen sind, können die Schmelungen in gusseisernen Schmelretorten ausgeführt werden. Diese müssen in ihren Abmessungen den Al-Retorten entsprechen und mit einem Abgangsrohr aus Messing oder aus einem innen geglätteten Stahlrohr versehen sein.

Abgabe September 1944

Teergehalt von Festkraftstoffen

3. Durchführung der Bestimmung

Die Probe wird auf den Tellern des Schwelensatzes gleichmässig unter Verhütung von Verlusten verteilt und dieser in die Retorte eingeführt. Diese wird verschlossen, abgedichtet und mit dem Schutzmantel umgeben. Der Kühler wird so weit gehoben, dass das Ende des Austrittsrohres in das Kühlrohr hineinragt. Die Schüssel im Oberteil des Kühlers wird mit Wasser gefüllt und der Kühler angeschlossen. Der Scheidetrichter wird mit 50 cm³ Benzol beschickt und unter dem Kühler aufgehängt.

Nunmehr wird die Retorte mit einem geeigneten Gasbrenner (Meker-, Tekubrenner) in etwa 80 Minuten auf 550° erhitzt und dann noch 15 Minuten auf dieser Endtemperatur gehalten. Wenn das Schwelthermometer 150° anzeigt, wird die Retorte mit dem Dampfentwicklungsgefäss durch einen Gummischlauch verbunden. Die Verdampfung wird so geregelt, dass bei Beendigung der Schwelung 50 bis 70 cm³ Wasser (entsprechend 0,5 bis 0,7 kg/kg Kraftstoff) übergegangen sind. Sofern das Dampfentwicklungsgefäss aus Glas besteht, können an ihm angebrachte Marken die zeitliche Regelung des Dampfsusatzes erleichtern. Die Dampf Temperatur im Überhitzer wird während der Bestimmung auf etwa 300° gehalten.

Das im Kühler sich bildende Kondensat tropft in den vorgelegten Scheidetrichter und muss das vorgelegte Benzol durchstreichen, das den Teer aufnimmt.

Bildet sich beim Kondensieren der Schweldämpfe ein brauner Belag im Kühlrohr, so stellt man gegen das Ende der Schwelung das Kühlwasser ab, so dass der Kühler sich auf eine Temperatur von etwa 60° erwärmen kann, wobei der Scheidetrichter nur schwach handwarm werden darf. Sofern der Belag nicht restlos dabei verschwindet oder sich in dem Kühlrohr ein Ansatz gebildet hat, so wird dieser nach dem Abnehmen der Teile mit Benzol ausgespült und das Spülmittel ebenfalls dem Inhalt des Scheidetrichters zugefügt.

aus dem Scheidetrichter wird das vollkommen farblose und teerfreie Kondenswasser nach Beendigung der Schwelung nunmehr abgezogen. Sämtlicher Teer ist im Benzol gelöst.

Nach Austrocknen des Scheidetrichters mittels eines zusammengesetzten Filters wird das Benzol durch ein mit Benzol befeuchtetes Weissbandfilter filtriert und mit wenig Benzol nachgewaschen, um die mit übergegangenen Staubanteile zurückzuhalten. Der Scheidetrichter wird mit etwas Benzol nachgespült. Das in einem 100 bis 150 cm³ fassenden Destillierkölbchen aufgefangene Benzol wird nun überdestilliert, und zwar zweckmässig nicht mit direkter Flamme, sondern in einem mit Salz versetzten Wasserbad. Das Benzol wird also grösstenteils wiedergewonnen.

Der noch verbleibende Benzolrest wird durch Trocknen mit Warmluft entfernt. Hierzu wird das Kölbchen mit einem zweifach durchbohrten Korken verschlossen. Durch die eine Bohrung wird ein Thermometer eingeführt, durch die zweite ein Glasrohr, welches unten zu einer Spitze zusammengezogen ist. Dieses Rohr wird oben mit einem mit Glas oder elektrisch beheizten weiteren Glasrohr und das Ansatzrohr des

Teergehalt von Festkraftstoffen

Kölbchen mit einer Wasserstrahlpumpe verbunden, wobei das Kölbchen in oben erwähntem Salz-Wasser-Bad verbleibt. Beim Saugen bläst die warme Luft auf den Benzol-Teer-Rest, wobei das Benzol innerhalb etwa einer halben Stunde verdunstet. Die Verdunstung ist bei Anstieg des Thermometers auf 90° beendet. Nach Abkühlung wird das Kölbchen gewogen und damit der reine Teer festgestellt. Nach 10 min. Nachtrocknen wird geprüft, ob das Gewicht konstant bleibt.

4. Angabe der Ergebnisse

Der verbleibende Teergehalt des Kraftstoffes, bei geschwulsten Kraftstoffen als Restteer bezeichnet, wird in Gewichtsprozenten, bezogen auf wasserfreien Kraftstoff, mit zwei Dezimalen angegeben.

B Teerreiche Festkraftstoffe

Braunkohlenbriketts, Holz, Torf, Lignit.

1. Prod.

Die Kraftstoffe werden auf die Körnung von 0 - 5 mm (Blatt 1) zerkleinert. Es werden 50 g eingewogen.

2. Prüfgerät

Die Al-Schmelretorte (ohne Tellereinsatz und ohne Dampfzusatz) wird mit einem als Vorlage dienenden Langhalskolben von 500 cm³ Inhalt verbunden.^{x)} Dieser taucht in ein Wassergefäß von solcher Grösse, dass der Abstand zwischen Vorlage und Gefäßwand überall mindestens 2 cm beträgt. Das Wassergefäß hat einen Wassereintrittsstutzen an der einen Schmalseite unten und einen Wasserüberlauf an der gegenüberliegenden Seite oben.

Der Langhals-Kolben wird mit doppelt durchbohrtem Gummistopfen so an der Schmelretorte befestigt, dass deren Abgangsrohr bis zum kugelförmigen Teil der Vorlage reicht. In die zweite Bohrung wird ein Gasaustrittsrohr eingesetzt, das nach innen etwa 1 cm über den Stopfen vorsteht. Die Vorlage wird soweit in das Wasser gesenkt, als es ohne Berührung des Gummistopfens möglich ist. Das Retortenabgangsrohr wird hierbei kurz vor seinem Eintritt in den Gummistopfen durch übergelegte, ins Wasser eintauchende Stoff- oder Filterpapierstreifen gekühlt, um den Gummistopfen vor Überhitzung zu schützen.

3. Durchführung der Bestimmung

Die Al-Schmelretorte wird durch elektrische Beheizung oder Gasheizung

x) Für braunkohlenbriketts ist an sich die 100 g Al-Schmelretorte (lichter Durchmesser oben 60-65 mm, unten 48-52 mm) vorgesehen; behelfsweise kann für weniger genaue Bestimmungen die 200 g Al-Schmelretorte verwendet werden.

27171

Teergehalt von Festkraftstoffen

in 65 ± 5 min. auf 510° hochgeheizt und alsdann die Temperatur noch 15 min. lang auf 510 bis 520° gehalten, so dass die gesamte Schmelzeit 80 ± 5 min. beträgt.

Das Kühlwasser soll eine Temperatur von 15 bis 20° haben und in deutlichem Strom durch das Wassergefäß geleitet werden.

Nach beendeter Schmelzung wird die Al-Schmelretorte sogleich aus dem Ofen genommen, wobei die Vorlage noch 10 Minuten an der Retorte bleibt, damit noch Teer aus dem Abgängerohr in die Vorlage abtropfen kann. Dann wird die Vorlage abgenommen und im Abgängerohr befindliche Teerreste werden durch Erwärmen des Abgängerohres in die Vorlage überführt.

Die Vorlage wird abgetrocknet und gewogen. Die Differenz gegen das Gewicht der leeren Vorlage ergibt die Menge an Teer und Schmelwasser in g.

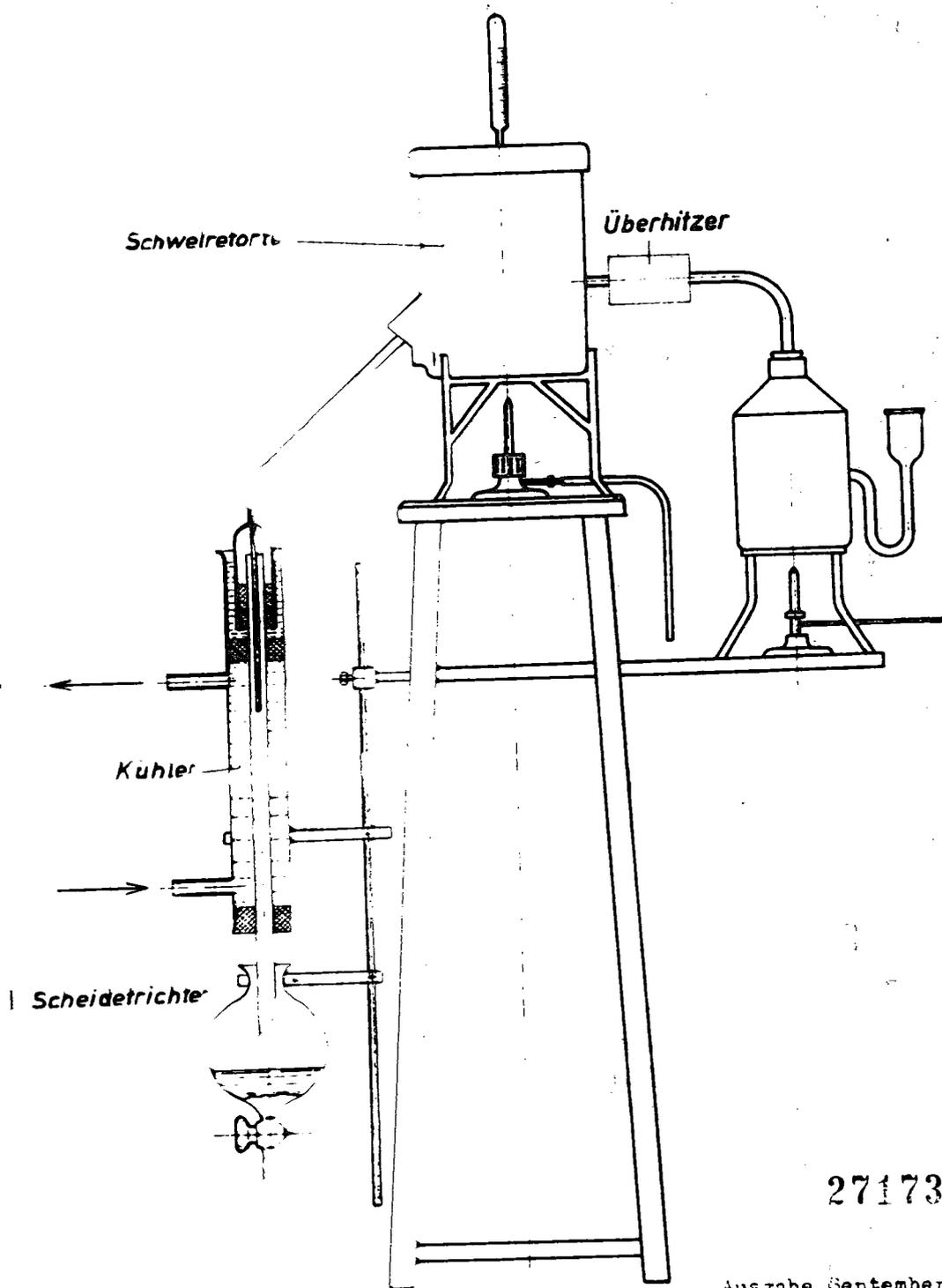
Nach Zugabe von etwa 200 cm^3 wasserfreiem Xylol in die Vorlage wird das Schmelwasser durch Rückflussdestillation an einem Liebigkühler bestimmt. Die Destillation wird so lange fortgesetzt, bis das Wasser in dem graduierten Rohr innerhalb von 5 Minuten nicht mehr als $0,03 \text{ cm}^3$ zunimmt. Nach 30 Minuten Abkühlzeit führt man eine saubere Trennung von Xylol und Wasser dadurch herbei, dass man mit einer in Xylol angefeuchteten Federfahne etwas an den Gefäßwandungen haftende Wassertropfen herunterstößt, im wassergefüllten Teil haftende Xyloltropfen zum Aufsteigen bringt. Durch sorgfältige Ablegung ist Sorge zu tragen, dass die Ablesung mindestens auf $0,03 \text{ cm}^3$ genau ist. Das in cm^3 abgelesene Schmelwasser wird gleich g Schmelwasser gesetzt.

Die Differenz (Teer + Schmelwasser) - Schmelwasser ergibt den Teer.

4. Angabe des Ergebnisses:

Der Teergehalt wird in Gewichtsprozenten, bezogen auf wasserfreien Kraftstoff, mit einer Dezimale angegeben.

Teergehalt von Festkraftstoffen



27173

Zündpunkt und Reaktionsfähigkeit von Festkraftstoffen

Allgemeine.

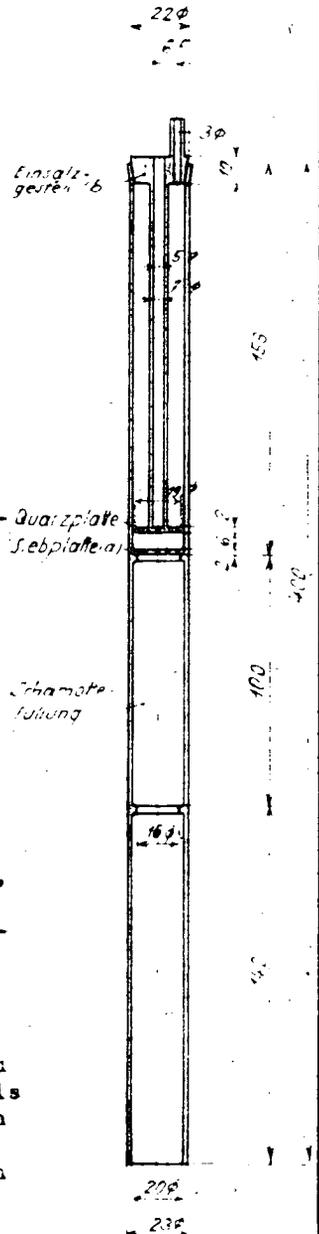
Die Güte der Vergasung des Kraftstoffes wird durch den Zündpunkt und die Reaktionsfähigkeit gekennzeichnet. Der Zündpunkt ist die Temperatur, bei der sich der Kraftstoff in Sauerstoffstrom entzündet. Die Reaktionsfähigkeit ist die Eigenschaft des Kohlenstoffes im Sinne der Gleichung $CO_2 + C = 2CO - 29 \text{ kcal}$ zu reagieren.

A) Zündpunkt.

Der Zündpunkt wird nach Meizer bestimmt. Die Zündpunktbest.-app. nach Meizer besteht aus einem einfachen, durchsichtigen Quarzrohr, das in zwei Dritteln seiner Höhe innen einen ringförmigen Ansatz hat, auf dem ein durchlöcherter Quarzplättchen (a) ruht. In das obere Ende des Quarzrohres ist ein Einsatzgestell (b) eingeschliffen, das ebenfalls eine durchlöcherter Quarzplatte trägt und mit der Siebplatte (a) einen Verbrennungsraum von gleichbleibendem Inhalt bildet. Unterhalb der Siebplatte befindet sich eine gekörnte Schamottefüllung, die beiderseitig durch eine dünne Seidenasbestschicht begrenzt ist. Das Einsatzgestell (b) setzt sich aus einem aufgeschliffenen Deckel, einem Entlüftungrohr, einem dünnen Quarzrohr mit angeschmolzenen, durchlochtem Schirm zusammen. Durch das dünne Quarzrohr und das Entlüftungrohr sind die Schenkel des Thermoelements derart durchgeführt, daß die Meßstelle außerhalb des Quarzschirmes fest zu liegen kommt. Die Meßstelle hat so stets die gleiche Lage.

Aus der gut getrockneten Probe wird ein Teil herausgemischt und gemörsernt, bis das Gesamtkorn 0,088 mm ist (4900 Maschensieb). Von diesem Staub werden etwa 0,2 g auf die Siebplatte (a) der beschriebenen Quarzapparatur lose aufgeschüttet^{*)} und darauf das Einsatzgestell (b) mit den Thermoelementdrähten eingesetzt. Die Vorrichtung wird senkrecht in einen elektrisch beheizbaren Marsofen eingebracht und langsam angeheizt ($200/30 \text{ s}$). Bei etwa 200° wird gereinigter Sauerstoff (200 ccm/min) durch das untere Ende des Quarzrohres durchgeleitet, die Temperatur alle 10 Sekunden abgelesen. Bei einigermaßen Übung kann man den Zündpunkt durch seinen plötzlichen Ausschlag am Millivoltmeter erkennen und auf die Eintragung in ein Koordinatensystem verzichten.

K) Das Durchfallen der Probe durch das Haltesieb wird durch vorsichtiges Aufbringen mittels eines Spatels bei schräg gestelltem Quarzrohr vorgenommen. Durch das Haltesieb gefallene Probe beeinträchtigt das Ergebnis der Zündpunktbestimmung noch nicht. Durch Schütteln und Umstülpen des Quarzrohres sowie durch Auswischen mit einem Asbestwusch, den man zweckmäßig an einem Draht befestigt, läßt sich die Apparatur leicht reinigen.



Zündpunkt und Reaktionsfähigkeit von Festkraftstoffen

b. Reaktionsfähigkeit

Die Reaktionsfähigkeit R_f wird in dem Gerät von Bahr ermittelt, in dem die Probe in konstantem CO_2 -Strom bei verschiedenen Temperaturen bis 1000° erhitzt und das jeweils entstandene Gasgemisch auf CO und CO_2 untersucht wird. Die vollständige Umsetzung von CO_2 zu CO wird mit $R_f = 100$ bezeichnet. Dabei geben die Werte von 550° bis 750° ein Maß für das Anlagerverhalten und die oberen Werte bis etwa 1000° ein Maß für das Betriebsverhalten an.

Die verkleinerte, lufttrockene Probe wird durch zwei Röhre von 3 und 6 mm Durchmesser, die auf 1 mm-Abstand liegend nebeneinander und über ca. 6 mm die durchgehende Röhre wird bei 110° getrocknet und untersucht. Ein Quarzrohr (s. Abbildungen) 100 cm lang; 1,2 cm Dnr.) wird in seinem unteren Teil mit einer Schicht Quarzscherben von ca. 20 cm Höhe beschickt, auf die ein Asbestpfropfen locker aufgesetzt wird (2, 3). Auf diesen wird die Probe 4 eingefüllt und deren Höhe durch leichtes Klopfen des Rohres auf genau 20 cm eingestellt. Auf diese Schicht folgt ein Verdrängungskörper (5) (Quarzrohr 10 mm ϕ ; 50 cm lang mit Luftloch versehen); ein Stopfen schließt das Rohr ab. Durch diesen sind ein Thermoelement (6), das bis zum oberen Ende der Probe reicht, und die Gasableitung (Kapillarrohr) eingeführt. Weitere Thermoelemente befinden sich unterhalb der Probe (7) und in der Mitte des Ofens an der Aussenseite des Quarzrohres (8). Das Rohr ist in einem elektrischen Ofen von 80 cm Länge (9), der in der Mitte eine gleichmäßige Heizzone von 50 cm gewährleistet, einbetont.

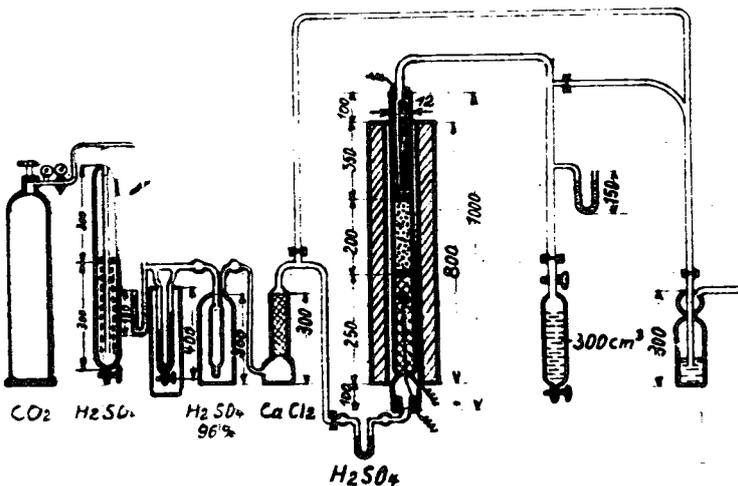
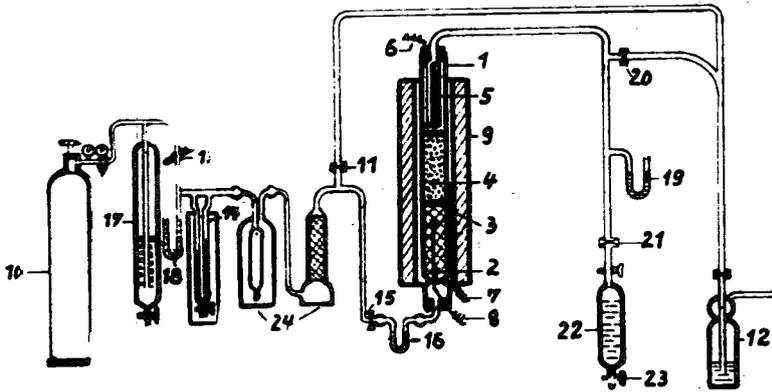
Die Kondenssäure wird der Stahlflasche (10) entnommen, nachdem durch vorherige Entspannung etwa vorhandene Luft aus ihr entfernt worden ist. Die Strom mit 20 l/h durch den Strommessner (14) und die mit konz. Schwefelsäure bzw. Chlorcalcium beschickten Reinalwaschapparate (24) über den Hahn (11) in die mit Wasser gefüllte Waschflasche (12) und spült die Apparatur luftfrei. Inzwischen wird der Ofen auf etwa 550° angeheizt; dann wird der Regulierhahn (15) so einstellt, daß genau 2 l CO_2 /h durch den Strommessner (14) gehen. Ist die Temperatur von 700° erreicht, so wird der Hahn (11) geschlossen und der Hahn (15), an den sich der mit konz. Schwefelsäure gefüllte Blasenähler (16) anschliesst, geöffnet. Der CO_2 -Strom wird durch Druckregler (17) und unter Beachtung der Drücke in den Manometern (18 und 19) konstant gehalten. Das entstehende Gas geht zunächst durch den Hahn (20) über die Flasche (12) ins Freie (CO_2 -Gefahr!). Sobald die Temperatur sich 10 Minuten auf 550° hält, wird der Hahn (20) geschlossen und der Hahn (21) geöffnet. Durch Auslauf der Sperrflüssigkeit (verd. Schwefelsäure) aus der Gaswirst (22) und durch Öffnen des Hahns (23) wird das entstandene Gas unter Beobachtung des Druckmessers (19) abgezogen und analysiert. Man steigert dann die Temperatur des Ofens auf 600° , 700° u. a. f. bis 1000° und zieht von 50° zu 50° jeweils die Gasprobe

$$R_f = \frac{\% CO}{\% CO + 2 (\% CO_2)} \cdot 100;$$

Man trägt die erhaltenen Zahlen in ein Kurvenblatt ein, auf dessen senkrechter Achse die Reaktionsfähigkeit zweifach, im log. Maßstab aufgetragen ist.

Zündpunkt und Reaktionsfähigkeit von Festkraftstoffen

Bevor der Kraftstoff im Generator vergast wird, ist er längere Zeit einer höheren Temperatur ausgesetzt, wobei die flüchtigen Bestandteile ausgetrieben werden. Es ist also auch wichtig zu wissen, welche Reaktionsfähigkeit ein vorerhitzter von den flüchtigen Bestandteilen freier Kraftstoff hat. Deshalb ist eine zweite Reaktionsfähigkeitsmessung mit einer im Stickstoffstrom auf 1000° erhitzten Kraftstoffprobe vorzunehmen. Diese Vorerhitzung wird in der gleichen Apparatur, wie die Reaktionsfähigkeitsmessung, durchgeführt. Man leitet anstelle von CO_2 Stickstoff durch die Apparatur unter gleichzeitigen Erhitzen auf 1000° und belässt die Probe eine halbe Stunde lang auf dieser Temperatur. Nun lässt man im Stickstoffstrom erkalten, verdrängt den Stickstoff durch CO_2 und beginnt mit der Reaktionsfähigkeitsmessung wie oben.



Von der Arbeitsgruppe Gaserzeuger der Zentralstelle für Generatoren in VDI, Untergruppe Kraftstoffe, wurden die vorliegenden Richtlinien zur Prüfung von Festkraftstoffen ausgearbeitet. Der Kreis der Bearbeiter umfasste die Erzeuger der Kraftstoffe, die Hersteller der Fahrzeuggeneratoren sowie die Kraftstoffverbraucher. Ferner haben verschiedene Forschungslaboratorien mitgewirkt. Der Untergruppe gehörten folgende Mitglieder an :

Obman	
Prof. Dr.-Ing. Wilke	I. G. Farbenindustrie A. G., Ludwigshafen/Rh.
stellv. Obman	
Dr.-Ing. Hamme	Dresden.
Prof. Dr. Agz	Techn. Hochschule, Darmstadt.
Prof. Dr. Dietze	Kaiser-Wilhelm-Inst. Berlin.
Dr. Bartner-Seberich	Daimler-Benz A. G., Gaggenau.
Dr. Fab	Zentralstelle f. Generatoren, Berlin.
Dr.-Ing. Finkbeiner	Darmstadt.
Ing. Jantsch	Zentralstelle f. Generatoren, Berlin.
Prof. Dr. Kappeler	Techn. Hochschule, Hannover.
Dr.-Ing. Koc	Stinnes-Generator GmbH., Essen.
Dipl. Ing. Köhler	I. G. Farbenindustrie A. G., Ludwigshafen/Rh.
Dr. Kröna	Oberschles. Hydrierwerke, Blechhammer.
Dr. Müller	I. G. Farbenindustrie A. G., Ludwigshafen/Rh.
Dr. Müschenborn	Sudetenländische Treibstoffwerke, Brüx.
Dr. Radmacher	Rhein.-Westfäl. Kohlensyndikat, Essen.
Dr. Reerinc	Verein für bergb. Interessen, Essen.
Dr. Richter	Oberschles. Hydrierwerke, Blechhammer.

Die Richtlinien haben die Aufgabe, für die vorgeschriebenen Gütekennwerte einheitliche Prüfverfahren festzulegen. Bei einigen Prüfverfahren konnten dabei bereits vorhandene DIN Blätter des Deutschen Normenausschusses übernommen werden, die für die vorliegenden Richtlinien zweckentsprechend eingeschränkt wurden. Weitere Blätter über das Asche- und Schlackenverhalten und die Feuerstandfestigkeit von Festkraftstoffen sind noch in Ausarbeitung.

Oppau, im Sept. 1944
Prof. Dr.-Ing. W. Wilke

Korn- und Stückgröße von Festkraftstoffen

Allgemeine

Die Bestimmung der Korn- und Stückgröße bezweckt die Ermittlung des Gehaltes an Oberkorn und Unterkorn sowie der Anteile an Grus und Staub im Unterkorn. Unterkorn hindert den Gasdurchgang durch den Gaserzeuger und führt zu wesentlicher Verschmutzung des Gases. Oberkorn ergibt störende Brückenbildung und schlechte Vergasung.

a. Körnige Kraftstoffe:

Anthrazit, Maierkohle, Schmelzkoks und Holzkohle.

1. Prüfgerät

Die Prüfung erfolgt mit Sieben nach DIN 1170. Es werden für die Durchführung einer Prüfsiebung, z.B. der Normalkörnung 6 - 18 mm benötigt:

a. 2 Handsiebe von etwa 600 mm ϕ mit Rundlochung, Lochdurchmesser von 18 und 5 mm, mit 100 mm hohem Blech- oder Holzrahmen; zweckmässig dazu passend ein Holzkasten mit Winkeleisen, sodass Auffanggefäss und die Handsiebe übereinander eingeschoben werden können.

b. 2 Handsiebe von 200 mm ϕ mit Rundlochung, Lochdurchmesser von 5 und 1 mm, mit 50 mm hohem Blech- oder Holzrahmen, mit Auffanggefäss und Deckel versehen.

2. Durchführung der Prüfsiebung

Die nach Blatt 1 entnommene Probe ist ausgebreitet solange an der Luft zu trocknen, bis die Oberflächenfeuchtigkeit verschwunden ist und kein Kornchen mehr am größeren Korn haften bleibt. Es werden etwa 10 kg eingewogen, von denen Teilmengen in der Weise gesiebt werden, dass jeweils nur soviel Probegut in so dünner Schicht auf das Sieb gebracht wird, dass jedes Korn Gelegenheit hat, beim vorsichtigen Mitteln des Siebes durch ein Loch zu fallen. Bei der Siebgröße von 600 mm ϕ sind etwa drei Teilsiebungen notwendig. Nach Aufgabe der Probe werden die zweckmässig übereinander eingeschobenen Siebe, z.B. mit den Lochdurchmessern 18 und 5 mm für die Sollkörnung 18 - 5 mm vorsichtig (zur Vermeidung zusätzlicher Abriebbildung so lange gerüttelt, bis praktisch kein Korn mehr durchfällt. Hierbei werden im Zweifelsfalle wegen der stengeligen Form des Kohlenkorns nur solche Körner als Oberkorn angesehen, bei denen mindestens zwei Abmessungen grösser sind als die Lochung des Prüfsiebes. Unterkorn ist der Anteil, der in allen Abmessungen kleiner ist als die kleinste Sollkörnung. Da diese Feststellung praktisch schwierig ist, wird als Unterkorn nur der Anteil festgelegt, der durch ein Sieb mit etwa 20% kleinerer Sieböffnung (z.B. bei 6 mm Sollkörnung ein Sieb von 5 mm Rundloch) hindurchgeht.

Das Unterkorn wird zur Ermittlung des Grus- und Staubgehaltes auf 5 und 1 mm Sieben nochmals abgeseibt. Dabei werden in das Sieb nicht mehr als höchstens 300 g Absieb- und Aufschlaggut aufgegeben. Das Sieb ist mit einer Hand zu fassen und in leicht geneigter Lage gegen die andere Hand zu schlagen. Nach je 25 Schlägen wird das Sieb um 90° gedreht. Die Siebung ist beendet, wenn praktisch kein Korn mehr durchfällt.

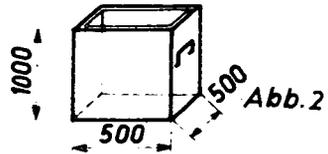
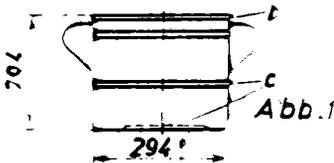
Schüttgewicht von Festkraftstoffen

1. Allgemeine.

Das Schüttgewicht ist das Gewicht des in 1 m^3 Bunker- oder Lager- raum enthaltenen Kraftstoffes bei lockerer Schüttung. Durch Multiplizieren des Schüttgewichtes mit dem Heizwert des Kraftstoffes ergibt sich die für die Reichweite einer Generatorfüllung wichtigste Kenngrösse des Kubikmeterheizwertes.

2. Prüfgerät und Durchführung der Prüfung

Das Schüttgewicht wird durch lockeres Einfüllen des Kraftstoffes in das Messgefäss ermittelt. Für körnige Kraftstoffe (Unter 30 mm Korngrösse) wird ein rundes Messgefäss von 20 Liter Inhalt, mit Durchmesser und Höhe gleich 294 mm (Abb. 1), verwendet. Mit diesem Gefäss können auch Generatorbriketts geprüft werden, wenn ein Zuschlag von 3% zu den erhaltenen Werten hinzugerechnet wird. Für Holz und Torf wird ein rechteckiges Messgefäss von 250 l Inhalt mit der Grundfläche 500 x 500 und der Höhe 1000 mm (Abb. 2) benutzt.



Die Messgefässe müssen formhaltig ausgeführt werden, was bei dem 20 Liter-Gefäss (Abb. 1) durch eingepresste Sicken a und einen angerollten Rand b erreicht wird. Der Behälter nach Abb. 2 wird zweckmässig aus Holz angefertigt. Die Masshaltigkeit wird nach etwa 100 Messungen nachgeprüft. Als Gesamtfehler des Rauminhaltes werden 3% zugelassen.

Das Messgefäss wird erschütterungsfrei aufgestellt, und es ist beim Füllen darauf zu achten, dass die Probe durch sorgsame Probenahme (vergleiche Blatt 1) dem Durchschnitt des zu prüfenden Kraftstoffes entspricht. Auch beim Einfüllen ist Entmischung sorgsam zu vermeiden. Bei körnigen Kraftstoffen lässt man die Probe durch einen Trichter, der auf dem Messgefäss aufsitzt (Auslauf in Gefässmitte), in dieses einfließen. Der Kraftstoff wird bis auf Messgefässoberkante einmal abgestrichen. Bei Holz und Torf ergibt sich nach dem Abstreichen, dass grössere Stücke hervorstenen. Diese werden lose in Lucken eingelegt oder entfernt. Das gefüllte Messgefäss wird auf einer Waage, dessen Tragfähigkeit dem Gewicht der Probe angepasst ist, mit einer Genauigkeit von 0,2% gewogen.

3. Angabe der Ergebnisse

Das Schüttgewicht wird in kg/m^3 angegeben. Die Bestimmung ist zweimal mit neuem Kraftstoff zu wiederholen und der Mittelwert hieraus zu bilden. Da das Schüttgewicht stark vom Wassergehalt des Kraftstoffes abhängt, wird dieser mit angegeben, z.B. in der Form $450 \text{ kg}/\text{m}^3$ (9% Wassergehalt).

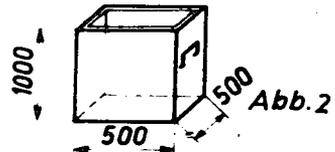
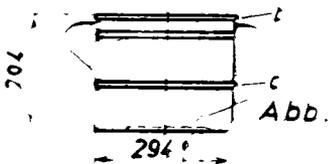
Schüttgewicht von Festkraftstoffen

1. Allgemeine

Das Schüttgewicht ist das Gewicht des in 1 m^3 Bunker- oder Lager- raum enthaltenen Kraftstoffes bei lockerer Schüttung. Durch Multiplizieren des Schüttgewichtes mit dem Heizwert des Kraftstoffes ergibt sich die für die Reichweite einer Generatorfüllung wichtige Kenngrösse des Kubikmeterheizwertes.

2. Prüfgerät und Durchführung der Prüfung

Das Schüttgewicht wird durch lockeres Einfüllen des Kraftstoffes in das Messgefäss ermittelt. Für körnige Kraftstoffe (Unter 30 mm Korngrösse) wird ein rundes Messgefäss von 20 Liter Inhalt, mit Durchmesser und Höhe gleich 294 mm (Abb. 1), verwendet. Mit diesem Gefäss können auch Generatorbriketts geprüft werden, wenn ein Zuschlag von 3% zu den erhaltenen Werten hinzugerechnet wird. Für Holz und Torf wird ein rechteckiges Messgefäss von 250 l Inhalt mit der Grundfläche 500×500 und der Höhe 1000 mm (Abb. 2) benutzt.



Die Messgefässe müssen formhaltig ausgeführt werden, was bei dem 20 Liter-Gefäss (Abb. 1) durch eingepresste Sicken a und einen angerollten Rand b erreicht wird. Der Behälter nach Abb. 2 wird zweckmässig aus Holz angefertigt. Die Masshaltigkeit wird nach etwa 100 Messungen nachgeprüft. Als Gesamtfehler des Rauminhaltes werden 3% zugelassen.

Das Messgefäss wird erschütterungsfrei aufgestellt, und es ist beim Füllen darauf zu achten, dass die Probe durch sorgsame Probenahme (vergleiche Blatt 1) dem Durchschnitt des zu prüfenden Kraftstoffes entspricht. Auch beim Einfüllen ist Entmischung sorgsam zu vermeiden. Bei körnigen Kraftstoffen lässt man die Probe durch einen Trichter, der auf dem Messgefäss aufsitzt (Auslauf in Gefässmitte), in dieses einfließen. Der Kraftstoff wird bis auf Messgefässoberkante einmal abgestrichen. Bei Holz und Torf ergibt sich nach dem Abstreichen, dass grossere Stücke hervorstehen. Diese werden lose in Lücken eingelegt oder entfernt. Das gefüllte Messgefäss wird auf einer Waage, dessen Tragfähigkeit dem Gewicht der Probe angepasst ist, mit einer Genauigkeit von $\pm 2\%$ gewogen.

3. Angabe der Ergebnisse

Das Schüttgewicht wird in kg/m^3 angegeben. Die Bestimmung ist zweimal mit neuem Kraftstoff zu wiederholen und der Mittelwert hieraus zu bilden. Da das Schüttgewicht stark vom Wassergehalt des Kraftstoffes abhängt, wird dieser mit angegeben, z.B. in der Form 450 kg/m^3 (9% Wassergehalt).

Trommelfestigkeit von Festkraftstoffen

1. Allgemeine:

Die Trommelfestigkeit gibt Aufschluss über die beim Transport und Entladen zu erwartende Unterkornbildung. Durch die Trommelfestigkeit werden die Sturzfestigkeit und die Abriebfestigkeit erfasst. Diese Prüfung kommt nur bei Anthrazit, Schmelzkoks, Holzkohle, Braunkohlenbriketts u. Torf, jedoch nicht für Holz in Betracht.

2. Prüfgerät

Es wird die verschmälerte Syndikatstrommel (Abb.) angewendet, deren Durchmesser mit Rücksicht auf die Beanspruchung auf Sturzfestigkeit mit 1000 mm lichter Weite beibehalten, die Breite dagegen entsprechend dem geringeren Einsatz (10 kg anstatt 50 kg) auf 250 mm vermindert wurde.

An der inneren Wandfläche der Trommel werden 4 unter 90° versetzte Winkelbohlen $100 \times 100 \times 10$ mm aufgenietet oder aufgeschweisst. Sämtliche Nieten müssen im Innern versenkt angebracht werden. Im Trommelmantel befindet sich eine mit einem gewölbten übergreifenden Deckel gut verschliessbare Öffnung von 800×150 mm. Die Trommel wird auf einer nicht durchgehenden 50 mm starken Achse befestigt, waagrecht gelagert und durch einen Elektromotor mit Schneckenradvorlege angetrieben. Die Drehzahl der Trommel beträgt 25 U/min. Die Anbringung eines Umdrehungszählers ist erwünscht.

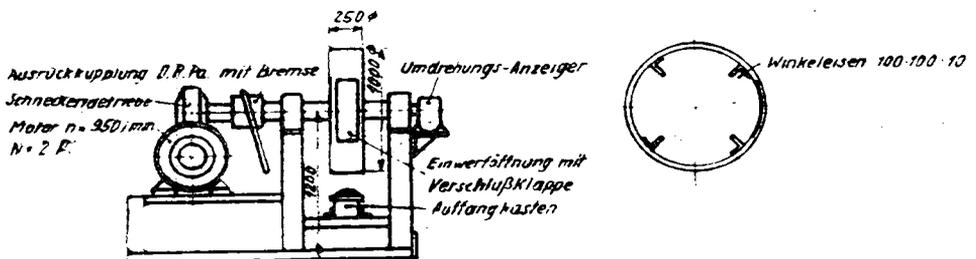
3. Durchführung der Prüfung

Die für eine Bestimmung erforderliche Probemenge beträgt 10 kg. Die Prüfung wird mit luftgetrocknetem Kraftstoff, der vom Unterkorn (unter 5 mm) durch Abreiben befreit ist, durchgeführt. Nach Einbringen des Kraftstoffes und Schliessen der Eintragungsöffnung wird die Trommel mit 25 U/min in Bewegung gesetzt und es werden 90 Umdrehungen vorgenommen. Die Probe wird sodann wieder auf ein Rundlochsieb von 5 mm Lochdurchmesser gegeben, das Unterkorn abgesiebt und der Siebrückstand gewogen. Die Wägenauigkeit soll $1/2\%$ betragen.

4. Angabe der Messergebnisse

Als Trommelfestigkeit wird der Siebrückstand auf dem 5 mm Rundlochsieb in Gewichtsprozent angegeben z.B. 96 %.

Es werden jeweils zwei Bestimmungen durchgeführt. Zur Beurteilung des Kokses dient der Mittelwert der Einzelbestimmungen, welche eine Abweichung von $\pm 7\%$ haben dürfen.



27181

Ausgabe September 1944

Wasser- und Aschegehalt

Gehalt an flüchtigen Bestandteilen von Festkraftstoffen

Die Prüfung erfolgt nach DIN 53721 sowie DIN DVM 3725.

Allgemeine:

Für den Betrieb des Fahrzeuggenerators sind Wassergehalt, Aschegehalt, sowie Gehalt an flüchtigen Bestandteilen wichtig, die zusammen die Kursanalyse bilden.

Der Wassergehalt wird in der Regel in zwei Stufen bestimmt:

- a) Grobe Feuchtigkeit durch Trocknen der Brennstoffe an der Luft bis zur praktischen Gewichtskonstanz.
- b) Hygroskopische Feuchtigkeit in den luftgetrockneten Brennstoffen, nach dem Xylolverfahren, bzw. mit Tetrachloräthan, oder durch Trocknen im Trockenschrank bei $106 \pm 2^\circ$ und Atmosphärendruck.

Hinsichtlich der Asche ist zu bemerken, dass durch den Verbrennungsvorgang ein veränderter sekundärer Rückstand entsteht. Die Asche kann daher nicht den ursprünglichen in der Kohle vorhandenen Mineralstoffen oder auch nicht den Feuerungsrückständen im Betrieb (Asche und Schlacke) gleichgesetzt werden, da deren Menge abhängig ist von den Verbrennungsbedingungen.

Die Bestimmung der flüchtigen Bestandteile wird durch Verkokung des Kraftstoffes durchgeführt und aus dem Gewichtsverlust, abzüglich der hygroskopischen Feuchtigkeit, die Menge der flüchtigen Bestandteile errechnet.

A Bestimmung des Wassergehaltes

1. Grobe Feuchtigkeit:

Die nach Blatt 1 erhaltene Probe wird gewogen und bis zur Gewichtskonstanz an der Luft bei etwa 20° und $60 \pm 10\%$ relativer Luftfeuchtigkeit getrocknet. Aus dem Gewichtsunterschied wird die grobe Feuchtigkeit in Gewichtsprozenten, bezogen auf das ursprüngliche Gewicht, errechnet. Die so erhaltene luftgetrocknete Probe wird auf weniger als 1 mm Korngröße zerkleinert. Ein Teil wird zur Bestimmung der hygroskopischen Feuchtigkeit verwendet, der Rest oder ein Teil davon wird auf eine Korngröße von weniger als 0,2 mm gebracht und dient für weitere analytische Untersuchungen (luftgetrocknete Analysenprobe).

2. Hygroskopische Feuchtigkeit

Das Xylolverfahren oder das Verfahren mit Tetrachloräthan sind allgemein zweckmässig bei Proben mit höheren Wassergehalten; sie müssen bei allen trocknungsempfindlichen Brennstoffen angewendet werden. Trocknungsempfindlich sind alle jüngeren fossilen Brennstoffe und Holz.

a) Bestimmung nach dem Xylolverfahren

25 g. bei geringem Wassergehalt 50 g. der luftgetrockneten, unter 1 mm Korngröße zerkleinerten Probe werden in einen Kurzhals-Randkolben 500 mit aufgelegtem Rand, DENOG 5, eingewogen, bei Verwendung eines Rückflusskühlers mit 100 g, bei Verwendung eines absteigenden Kühlers mit 200 g technischen, wassergesättigten Xylol überschiebt und gut durchgeschüttelt. Das Kraftstoff-Xylol-Gemisch wird in dem Kolben zunächst langsam, dann schneller erhitzt. Die entweichenden Dämpfe

Ausgabe September 1944

Wasser und Aschegehalt

Gehalt an flüchtigen Bestandteilen von Festkraftstoffen

werden im Kühler verflüssigt und in einem Messgefäß aufgefangen. Das Messgefäß lässt eine Ablesung von $1/10 \text{ cm}^3$ oder besser $1/20 \text{ cm}^3$ zu. Der Übergang vom engen Messrohr zum weiten Teil des Messgefäßes muss allmählich verlaufen, damit möglichst keine überdestillierten wassertröpfchen festhaften.

Empfohlen wird die Benutzung der für kontinuierliche Destillation geeigneten Vorlagen. Bewährt hat sich das Prüfgerät nach DIN DVM 3656 - Prüfung von Schmelzstoffen, Wassergehalt -. Die Destillation ist beendet, wenn das Xylol klar abfließt. Gegen Ende der Destillation wird die Kühlung abgestellt, wodurch sich das Kühlwasser im oberen Teil des Kühlers stark erwärmt. Man lässt es dann stufenweise ab, so dass die heissen Xyloldämpfe die wenigen im Innern des Kühlrohres zurückgebliebenen wassertröpfchen mitnehmen. Das Volumen der vom Xylol scharf abgesetzten Wassermenge wird bei Zimmertemperatur abgelesen und ergibt, auf 100 Gewichtsteile bezogen, die hygroskopische Feuchtigkeit der lufttrockenen Substanz. Für die Aufstellung der erforderlichen Beheizung des Prüfgerätes werden gemessene Wassermengen ($1, 2$ u. 5 cm^3) in den Koben gebracht und mit der vorgeschriebenen Xylolmenge in gleicher Weise destilliert.

b) Bestimmung mit Tetrachlorathan

50 g der lufttrockenen, unter 1 mm Korngrösse zerkleinerten Probe (bei einem Wassergehalt von mehr als 20% nur 25 g) werden in einem Kurzhaus- und oben 500 mit aufgelegtem Band, D240G 5, eingewogen und mit 180 cm^3 Tetrachlorathan gemischt und das Gemisch abdestilliert. Das Tetrachlorathan muss entweder bereits gebraucht sein oder ist mit Wasser vorher zu sättigen (Aufnahme etwa 0,2 Volum-%). Die entweichenden Dämpfe werden im Kühler verflüssigt und in einem kolbenförmigen Messgefäß von etwa 120 cm^3 Inhalt mit einem als Messrohr ausgebildeten Ende aufgefangen. Das Messgefäß muss eine Ablesung von $1/10 \text{ cm}^3$, besser $1/20 \text{ cm}^3$ zulassen. Sobald der obere und untere Wasserspiegel in der Skala erscheint, kann die Destillation unterbrochen werden, weil dann die gesamte Wassermenge überdestilliert ist. Erfahrungsgemäss ist zu dem abgelesenen Wert ein Zuschlag von 0,1 bis 0,2 cm^3 zu machen, weil diese Wassermenge vermutlich als Wasserdampf im Kolben verbleibt oder durch austretende Luft mitgerissen wurde. Der Fehler wird in beiden für jedes Prüfgerät durch Destillation einer bestimmten Messmenge bestimmt.

c) Bestimmung im Trockenschrank

Dieses Verfahren kann bei Steinkohlenscheiteln und nicht trocknungsempfindlichen Steinkohlen angewendet werden. 1 bis 5 g der lufttrockenen, zerkleinerten Probe werden in einem geeigneten flachen Gefäss, dessen Bodenfläche eine Schichthöhe von höchstens 4 mm zulässt, mit eingedrehtem Deckel im Trockenschrank bei $106 \pm 2^\circ$ bis zur Gewichtskonstanz getrocknet und bei lose aufgelegtem Deckel im Exsikkator abgekühlt. Etwa zweistündiges Trocknen genügt in der Regel. Beim Herausnehmen aus dem Exsikkator wird der Deckel dicht aufgesetzt und die Probe gewogen; aus dem Gewichtsunterschied wird die hygroskopische Feuchtigkeit in Gewichtsprozent, bezogen auf das lufttrockene Gewicht, ermittelt.

k) Stark hygroskopische Kraftstoffe sind wegen der Gefahr der Wiederaufnahme von Wasser nicht unnötig lange stehen zu lassen.

Wasser und Aschegehalt

Gehalt an flüchtigen Bestandteilen von Festkraftstoffen

werden im Kühler verflüssigt und in einem Messgefäß aufgefangen. Das Messgefäß lässt eine Ablesung von $1/10 \text{ cm}^3$ oder besser $1/20 \text{ cm}^3$ zu. Der Übergang vom engen Messrohr zum weiten Teil des Messgefäßes muss allmählich verlaufen, damit möglichst keine überdestillierten Wassertröpfchen festhaften.

Empfohlen wird die Benutzung der für kontinuierliche Destillation geeigneten Vorrichtungen. Bewahrt hat sich das Prüfgerät nach DIN DVM 3656 - Prüfung von Schmierstoffen, Wassergehalt -. Die Destillation ist beendet, wenn das Äthyl klar abfließt. Gegen Ende der Destillation wird die Kühlung abgestellt, wodurch sich das Kühlwasser im oberen Teil des Kühlers stark erwärmt. Man lässt es dann stufenweise ab, so dass die heißen Ätholdämpfe die wenigen im Innern des Kühlrohres hängengebliebenen Wassertröpfchen mitnehmen. Das Volumen der vom Äthyl scharf abgesetzten Wassermenge wird bei Zimmertemperatur abgelesen und ergibt, auf 100 Gewichtsteile bezogen, die hygroskopische Feuchtigkeit der lufttrockenen Substanz. Für die Aufstellung der erforderlichen Beheizung des Prüfgerätes werden gemessene Wassermengen (1, 2 u. 5 cm^3) in den oben gebracht und mit der vorgeschriebenen Ätholmenge in gleicher Weise destilliert.

a) Bestimmung mit Tetrachloräthan

50 g der lufttrockenen, unter 1 mm Korngröße zerkleinerten Probe (bei einem Wassergehalt von mehr als 20% nur 25 g) werden in einem Kurznaht- und oben 500 mit aufgelegtem Mund, DN 03 5, eingewogen und mit 180 cm^3 Tetrachloräthan gemischt und das Gemisch abdestilliert. Das Tetrachloräthan muss entweder bereits gebraucht sein oder ist mit Wasser vorher zu sättigen (Aufnahme etwa 0,2 Volumen-%). Die entstehenden Dämpfe werden im Kühler verflüssigt und in einem kolbentüchtigen Messgefäß von etwa 100 cm^3 Inhalt mit einem als Messrohr ausgebildeten Hals aufgefangen. Das Messgefäß muss eine Ablesung von $1/10 \text{ cm}^3$ oder besser $1/20 \text{ cm}^3$ zulassen. Sobald der obere und untere Wasserpegel in der Skala erscheint, kann die Destillation unterbrochen werden, weil dann die gesamte Wassermenge überdestilliert ist. Erfahrungsgemäß ist zu dem abgelesenen Wert ein Zuschlag von 0,1 bis 0,2 cm^3 zu machen, weil diese Wassermenge vorwiegend als Wasserdampf im Kolben verbleibt oder durch austretende Luft mitgerissen wurde. Der Fehler wird im besten für jedes Prüfgerät durch Destillation einer bestimmten Wassermenge bestimmt.

b) Bestimmung im Trockenschrank

Diese Verfahren kann bei Steinkohlensche und nicht trocknungsempfindlichen Steinkohlensche angewandt werden. 1 bis 5 g der lufttrockenen, zerkleinerten Probe werden in einem geeigneten flachen Gefäß, dessen Bodenfläche aus Blechschicht von höchstens 4 mm zulässt, mit dünn geschliffenem Bechdel im Trockenschrank bei $100 \pm 2^\circ$ bis zur Gewichtskonstanz getrocknet und bei lose aufgelegtem Bechdel im Exsikkator abgekühlt. Bei zweifeltigen Proben genügt in der Regel, beim Herausnehmen aus dem Exsikkator wird der Bechdel dicht aufgesetzt und die Probe gewogen; aus dem Gewichtsunterschied wird die hygroskopische Feuchtigkeit in Gewichtsprozent, bezogen auf das lufttrockene Gewicht, ermittelt.

1) stark hygroskopische Kraftstoffe sind wegen der Gefahr der Wiederaufnahme von Wasser nicht unnötig lange stehen zu lassen.

Wasser und Aschegehalt

Gehalt an flüchtigen Bestandteilen von Festkraftstoffen

3. Gesamtwassergehalt

Der Gesamtwassergehalt G in Gewichtsprozent, bezogen auf das ursprüngliche Gewicht, ergibt sich aus der groben und der hygroskopischen Feuchtigkeit nach der Formel

$$G = a + \frac{b(100-a)}{100}$$

a bedeutet die grobe Feuchtigkeit in Gewichtsprozent, bezogen auf das ursprüngliche Gewicht, b die hygroskopische Feuchtigkeit, bezogen auf das lufttrockene Gewicht.

Der Wassergehalt ist auf 0,1% genau anzugeben.

Bei der unmittelbaren Bestimmung des Gesamtwassergehaltes werden Feuchtigkeitsproben von nicht trocknungsempfindlichen Brennstoffen in Trockenschrank einmässig nach der im Abschnitt A beschriebenen Weise behandelt (siehe Blatt 1 der vorliegenden Richtlinien), Proben von Braunkohle, Torf oder Holz werden nach dem Xylolverfahren oder dem Verfahren mit Tetrachloräthan behandelt.

B Bestimmung des Aschegehaltes

1. Anwendungsbereich

Bei der Veraschung von Brennstoffen treten verschiedene chemische Umsetzungen der mineralischen Bestandteile ein, die einerseits Gewichtsverluste, wie z.B. durch Verflüchtigung von Alkalisalzen, durch Zersetzung von Karbonaten, Sulfaten und Schwefelverbindungen, andererseits Gewichtszunahmen, wie z.B. durch Oxydation von Sulfiden und Eisenverbindungen, verursachen, so dass die nach dem Prüfverfahren bestimmte Asche einen durch den Verbrennungsvorgang veränderten Rückstand darstellt. Sie kann demnach nicht gleichgesetzt werden, den ursprünglich in der Kohle vorhandenen Mineralstoffen, auch nicht den Feuerungsrückständen, weil deren Menge abhängig ist von den Verbrennungsbedingungen. Bei Rückstandbestimmungen für Verfeuerung oder Vergasung sind deshalb die Veraschungstemperaturen praktischen Verhältnissen anzupassen. Alkalische Kraftstoffe werden zweckmässig vor der Veraschung mit Wasser extrahiert und die wasserlöslichen Bestandteile gesondert bestimmt. In Kraftstoffen mit hohem Karbonatgehalt ermittelt man die Kohlensäure getrennt.

Bei Parallelbestimmungen soll die Abweichung der Einzelwerte vom Mittelwert $\pm 0,15\%$ nicht überschreiten, wobei zu berücksichtigen ist, dass bei Kraftstoffen mit geringen Aschegehalten sich dieser Wert verkleinert und man z.B. bei Aschegehalten von etwa 2% mit $\pm 0,03\%$ rechnen kann.

2. Prüfverfahren

In einer geeigneten flachen Veraschungsschale wird die lufttrockene oder wasserfreie Probe im Muffelofen mit Gas oder elektrischer Beheizung bis zur vollständigen Verbrennung aller organischen Bestandteile erhitzt. Bei Beginn ist die Temperatur niedrig zu halten, anschliessend auf 775 ± 25 zu steigern (Dauer etwa 2 Stunden). Von Zeit zu Zeit, besonders gegen Ende der Veraschung, kann mit einem

Teergehalt von Festkraftstoffen

3. Durchführung der Bestimmung

Die Probe wird auf den Tellern des Schweißensatzes gleichmässig unter Verhütung von Verlusten verteilt und dieser in die Retorte eingeführt. Diese wird verschlossen, abgedichtet und mit dem Schutzmantel umgeben. Der Kühler wird so weit gehoben, dass das Ende des Austrittsrohres in das Kühlerrohr hineinaragt. Die Schüssel im Oberteil des Kühlers wird mit Wasser gefüllt und der Kühler angeschlossen. Der Scheidetrichter wird mit 50 cm³ Benzol beschickt und unter den Kühler aufgehängt.

Nunmehr wird die Retorte mit einem geeigneten Gasbrenner (Meker-, Teclubrenner) in etwa 80 Minuten auf 550° erhitzt und dann noch 15 Minuten auf dieser Endtemperatur gehalten. Wenn das Schmelthermometer 150° anzeigt, wird die Retorte mit dem Dampfentwicklungsgefäß durch einen Gummischlauch verbunden. Die Verdampfung wird so geregelt, dass bei Beendigung der Schwelung 50 bis 70 cm³ Wasser (entsprechend 0,5 bis 0,7 kg/kg Kraftstoff) übergegangen sind. Sofern das Dampfentwicklungsgefäß aus Glas besteht, können an ihm angebrachte Marken die seitliche Regelung des Dampfzusatzes erleichtern. Die Dampftemperatur im Überhitzer wird während der Bestimmung auf etwa 300° gehalten.

Das im Kühler sich bildende Kondensat tropft in den vorgelegten Scheidetrichter und muss das vorgelegte Benzol durchstreichen, das den Teer aufnimmt.

Bildet sich beim Kondensieren der Schweldämpfe ein brauner Belag im Kühlerrohr, so stellt man gegen das Ende der Schwelung das Kühlwasser ab, so dass der Kühler sich auf eine Temperatur von etwa 60° erwärmen kann, wobei der Scheidetrichter nur schwach handwarm werden darf. Sofern der Belag nicht restlos dabei verschwindet oder sich in dem Kühlerrohr ein Ansatz gebildet hat, so wird dieser nach dem Abnehmen der Teile mit Benzol ausgespült und das Spülmittel ebenfalls dem Inhalt des Scheidetrichters zugefügt.

Aus dem Scheidetrichter wird das vollkommen farblose und teerfreie Kondenswasser nach Beendigung der Schwelung nunmehr abgezogen. Sämtlicher Teer ist in Benzol gelöst.

Nach Austrocknen des Scheidetrichters mittels eines zusammengedrehten Filters wird das Benzol durch ein mit Benzol befeuchtetes Weissbandfilter filtriert und mit wenig Benzol nachgewaschen, um die mit übergegangenen Staubanteile zurückzuhalten. Der Scheidetrichter wird mit etwas Benzol nachgespült. Das in einem 100 bis 150 cm³ fassenden Destillierkölbchen aufgefangene Benzol wird nun überdestilliert, und zwar zweckmässig nicht mit direkter Flamme, sondern in einem mit Salz versetzten Wasserbad. Das Benzol wird also grösstenteils wiedergewonnen.

Der noch verbleibende Benzolrest wird durch Trocknen mit Warmluft entfernt. Hierzu wird das Kölbchen mit einem zweifach durchbohrten Korken verschlossen. Durch die eine Bohrung wird ein Thermometer eingeführt, durch die zweite ein Glasrohr, welches unten zu einer Spitze zusammengezogen ist. Dieses Rohr wird oben mit einem mit Glas oder elektrisch beheizten weiteren Glasrohr und das Ansatzrohr des

Teergehalt von Festkraftstoffen

3. Durchführung der Bestimmung

Die Probe wird auf den Tellern des Schwelzeinsatzes gleichmässig unter Verhütung von Verlusten verteilt und dieser in die Retorte eingeführt. Diese wird verschlossen, abgedichtet und mit dem Schutzmantel umgeben. Der Kühler wird so weit gehoben, dass das Ende des Austrittsrohres in das Kühlerrohr hineinragt. Die Schüssel im Oberteil des Kühlers wird mit Wasser gefüllt und der Kühler angeschlossen. Der Scheidetrichter wird mit 50 cm³ Benzol beschickt und unter dem Kühler aufgehängt.

Nunmehr wird die Retorte mit einem geeigneten Gasbrenner (Meker-, Teklubrenner) in etwa 80 Minuten auf 550° erhitzt und dann noch 15 Minuten auf dieser Endtemperatur gehalten. Wenn das Schwelthermometer 150° anzeigt, wird die Retorte mit dem Dampfentwicklungsgefäss durch einen Gummischlauch verbunden. Die Verdampfung wird so geregelt, dass bei Beendigung der Schwelung 50 bis 70 cm³ Wasser (entsprechend 0,5 bis 0,7 kg/kg Kraftstoff) übergegangen sind. Sofern das Dampfentwicklungsgefäss aus Glas besteht, können an ihm angebrachte Marken die zeitliche Regelung des Dampfzusatzes erleichtern. Die Dampf Temperatur im Überhitzer wird während der Bestimmung auf etwa 300° gehalten.

Das im Kühler sich bildende Kondensat tropft in den vorgelegten Scheidetrichter und muss das vorgelegte Benzol durchstreichen, das den Teer aufnimmt.

Bildet sich beim Kondensieren der Schweldämpfe ein brauner Belag im Kühlerrohr, so stellt man gegen das Ende der Schwelung das Kühlwasser ab, so dass der Kühler sich auf eine Temperatur von etwa 60° erwärmen kann, wobei der Scheidetrichter nur schwach handwarm werden darf. Sofern der Belag nicht restlos dabei verschwindet oder sich in dem Kühlerrohr ein Ansatz gebildet hat, so wird dieser nach dem Abnehmen der Teile mit Benzol ausgespült und das Spülmittel ebenfalls dem Inhalt des Scheidetrichters zugefügt.

Aus dem Scheidetrichter wird das vollkommen farblose und teerfreie Kondenswasser nach Beendigung der Schwelung nunmehr abgezogen. Sämtlicher Teer ist im Benzol gelöst.

Nach Austrocknen des Scheidetrichters mittels eines zusammengesetzten Filters wird das Benzol durch ein mit Benzol befeuchtetes Weissbandfilter filtriert und mit wenig Benzol nachgewaschen, um die mit übergegangenen Staubanteile zurückzuhalten. Der Scheidetrichter wird mit etwas Benzol nachgespült. Das in einem 100 bis 150 cm³ fassenden Destillierkölbchen aufgefangene Benzol wird nun überdestilliert, und zwar zweckmässig nicht mit direkter Flamme, sondern in einem mit Salz versetzten Wasserbad. Das Benzol wird also grösstenteils wiedergewonnen.

Der noch verbleibende Benzolrest wird durch Trocknen mit Warmluft entfernt. Hierzu wird das Kölbchen mit einem zweifach durchbohrten Korken verschlossen. Durch die eine Bohrung wird ein Thermometer eingeführt, durch die zweite ein Glasrohr, welches unten zu einer Spitze zusammengezogen ist. Dieses Rohr wird oben mit einem mit Glas oder elektrisch beheizten weiteren Glasrohr und das Ansatzrohr des

Teergehalt von Festkraftstoffen

3. Durchführung der Bestimmung

Die Probe wird auf den Tellern des Schwelensatzes gleichmässig unter Verhütung von Verlusten verteilt und dieser in die Retorte eingeführt. Diese wird verschlossen, abgedichtet und mit dem Schutzmantel umgeben. Der Kühler wird so weit gehoben, dass das Ende des Austrittsrohres in das Kühlrohr hineinragt. Die Schüssel im Oberteil des Kühlers wird mit Wasser gefüllt und der Kühler angeschlossen. Der Scheidetrichter wird mit 50 cm³ Benzol beschickt und unter dem Kühler aufgehängt.

Nunmehr wird die Retorte mit einem geeigneten Gasbrenner (Meker-, Teklubrenner) in etwa 80 Minuten auf 550° erhitzt und dann noch 15 Minuten auf dieser Endtemperatur gehalten. Wenn das Schwelthermometer 150° anzeigt, wird die Retorte mit dem Dampfentwicklungsgefäß durch einen Gummischlauch verbunden. Die Verdampfung wird so geregelt, dass bei Beendigung der Schwelung 50 bis 70 cm³ Wasser (entsprechend 0,5 bis 0,7 kg/kg Kraftstoff) übergegangen sind. Sofern das Dampfentwicklungsgefäß aus Glas besteht, können an ihm angebrachte Marken die zeitliche Regelung des Dampfzusatzes erleichtern. Die Dampf Temperatur im Überhitzer wird während der Bestimmung auf etwa 300° gehalten.

Das im Kühler sich bildende Kondensat tropft in den vorgelegten Scheidetrichter und muss das vorgelegte Benzol durchstreichen, das den Teer aufnimmt.

Bildet sich beim Kondensieren der Schweldämpfe ein brauner Belag im Kühlrohr, so stellt man gegen das Ende der Schwelung das Kühlwasser ab, so dass der Kühler sich auf eine Temperatur von etwa 60° erwärmen kann, wobei der Scheidetrichter nur schwach handwarm werden darf. Sofern der Belag nicht restlos dabei verschwindet oder sich in dem Kühlrohr ein Ansatz gebildet hat, so wird dieser nach dem Abnehmen der Teile mit Benzol ausgespült und das Spülmittel ebenfalls dem Inhalt des Scheidetrichters zugefügt.

Aus dem Scheidetrichter wird das vollkommen farblose und teerfreie Kondenswasser nach Beendigung der Schwelung nunmehr abgezogen. Sämtlicher Teer ist im Benzol gelöst.

Nach Austrocknen des Scheidetrichters mittels eines zusammengesetzten Filters wird das Benzol durch ein mit Benzol befeuchtetes Weissbandfilter filtriert und mit wenig Benzol nachgewaschen, um die mit übergegangenen Staubanteile zurückzuhalten. Der Scheidetrichter wird mit etwas Benzol nachgespült. Das in einem 100 bis 150 cm³ fassenden Destillierkölbchen aufgefangene Benzol wird nun überdestilliert, und zwar zweckmässig nicht mit direkter Flamme, sondern in einem mit Salz versetzten Wasserbad. Das Benzol wird also grösstenteils wiedergewonnen.

Der noch verbleibende Benzolrest wird durch Trocknen mit Warmluft entfernt. Hierzu wird das Kölbchen mit einem zweifach durchbohrten Korken verschlossen. Durch die eine Bohrung wird ein Thermometer eingeführt, durch die zweite ein Glasrohr, welches unten zu einer Spitze zusammengezogen ist. Dieses Rohr wird oben mit einem mit Glas oder elektrisch beheizten weiteren Glasrohr und das Ansatzrohr des

Teergehalt von Festkraftstoffen

Kölbohen mit einer Wasserstrahlpumpe verbunden, wobei das Kölbohen in oben erwähntes Salz-Wasser-Bad verbleibt. Beim Saugen bläst die warme Luft auf den Benzol-Teer-Rest, wobei das Benzol innerhalb etwa einer halben Stunde verdampft. Die Verdampfung ist bei Anstieg des Thermometers auf 90° beendet. Nach Abkühlung wird das Kölbohen gewogen und damit der reine Teer festgestellt. Nach 10 min. Nachtrocknen wird geprüft, ob das Gewicht konstant bleibt.

4. Angabe der Ergebnisse:

Der verbleibende Teergehalt des Kraftstoffes, bei geschwulsten Kraftstoffen als Restteer bezeichnet, wird in Gewichtsprozenten, bezogen auf wasserfreien Kraftstoff, mit zwei Dezimalen angegeben.

B Teerreine Festkraftstoffe:

Braunkohlenbriketts, Holz, Torf, Lignit.

1. Prob

Die Kraftstoffe werden auf die Körnung von 0 - 5 mm (Blatt 1) zerkleinert. Es werden 50 g eingewogen.

2. Prüfgerät:

Die Al-Schmelretorte (ohne Tellereinsatz und ohne Dampfzusatz) wird mit einem als Vorlage dienenden Langhalskolben von 500 cm^3 Inhalt verbunden.¹⁾ Dieser taucht in ein Wassergefäß von solcher Grösse, dass der Abstand zwischen Vorlage und Gefäßwand überall mindestens 2 cm beträgt. Das Wassergefäß hat einen Wassereintrittsstutzen an der einen Schmalseite unten und einen Wasserüberlauf an der gegenüberliegenden Seite oben.

Der Langhals-Kolben wird mit doppelt durchbohrtem Gummistopfen so an der Schmelretorte befestigt, dass deren Abgangsrohr bis zum kugelförmigen Teil der Vorlage reicht. In die zweite Bohrung wird ein Gasaustrittsrohr eingesetzt, das nach innen etwa 1 cm über den Stopfen vorsteht. Die Vorlage wird soweit in das Wasser gesenkt, als es ohne Berührung des Gummistopfens möglich ist. Das Retortenabgangsrohr wird hierbei kurz vor seinem Eintritt in den Gummistopfen durch übergeleitete, ins Wasser eintauchende Stoff- oder Filterpapierstreifen gekühlt, um den Gummistopfen vor Überhitzung zu schützen.

3. Durchführung der Bestimmung:

Die Al-Schmelretorte wird durch elektrische Beheizung oder Gasheizung

x) Für braunkohlenbriketts ist an sich die 100 g Al-Schmelretorte (lichter Durchmesser oben 60-65 mm, unten 48-52 mm) vorgesehen; behelfsweise kann für weniger genaue Bestimmungen die 200 g Al-Schmelretorte verwendet werden.

Teergehalt von Festkraftstoffen

Kölbchen mit einer Wasserstrahlpumpe verbunden, wobei das Kölbchen in oben erwähntem Salz-Wasser-Bad verbleibt. Beim Saugen bläst die warme Luft auf den Benzol-Teer-Rest, wobei das Benzol innerhalb etwa einer halben Stunde verdunstet. Die Verdampfung ist bei Anstieg des Thermometers auf 90° beendet. Nach Abkühlung wird das Kölbchen gewogen und damit der reine Teer festgestellt. Nach 10 min. Nachtrocknen wird geprüft, ob das Gewicht konstant bleibt.

4. Angabe der Ergebnisse:

Der verbleibende Teergehalt des Kraftstoffes, bei geschwulsten Kraftstoffen als Restteer bezeichnet, wird in Gewichtsprozenten, bezogen auf wasserfreien Kraftstoff, mit zwei Dezimalen angegeben.

B Teerreiche Festkraftstoffe

Braunkohlenbriketts, Holz, Torf, Lignit.

1. Probe

Die Kraftstoffe werden auf die Körnung von 0 - 5 mm (Blatt 1) zerkleinert. Es werden 50 g eingewogen.

2. Prüfgerät

Die Al-Schmelretorte (ohne Tellereinsatz und ohne Dampfzusatz) wird mit einem als Vorlage dienenden Langhalskolben von 500 cm³ Inhalt verbunden.¹⁾ Dieser taucht in ein Wassergefäß von solcher Grösse, dass der Abstand zwischen Vorlage und Gefäßwand überall mindestens 2 cm beträgt. Das Wassergefäß hat einen Wassereintrittsstutzen an der einen Schmalseite unten und einen Wasserüberlauf an der gegenüberliegenden Seite oben.

Der Langhals-Kolben wird mit doppelt durchbohrtem Gummistopfen so an der Schmelretorte befestigt, dass deren Abgangsrohr bis zum kugelförmigen Teil der Vorlage reicht. In die zweite Bohrung wird ein Gasaustrittsrohr eingesetzt, das nach innen etwa 1 cm über den Stopfen vorsteht. Die Vorlage wird soweit in das Wasser gesenkt, als es ohne Berührung des Gummistopfens möglich ist. Das Retortenabgangsrohr wird hierbei kurz vor seinem Eintritt in den Gummistopfen durch Übergeleite, ins Wasser eintauchende Stoff- oder Filterpapierstreifen gekantelt, um den Gummistopfen vor Überhitzung zu schützen.

3. Durchführung der Bestimmung

Die Al-Schmelretorte wird durch elektrische Beheizung oder Gasheizung

x) Für Braunkohlenbriketts ist an sich die 100 g Al-Schmelretorte (lichter Durchmesser oben 60-65 mm, unten 48-52 mm) vorgesehen; bei Bedarfswise kann für weniger genaue Bestimmungen die 200 g Al-Schmelretorte verwendet werden.

Teergehalt von Festkraftstoffen

Kölbchen mit einer Wasserstrahlpumpe verbunden, wobei das Kölbchen in oben erwähntem Salz-Wasser-Bad verbleibt. Beim Saugen bläst die warme Luft auf den Benzol-Teer-Rest, wobei das Benzol innerhalb etwa einer halben Stunde verdunstet. Die Verdunstung ist bei Anstieg des Thermometers auf 90° beendet. Nach Abkühlung wird das Kölbchen gewogen und damit der reine Teer festgestellt. Nach 10 min. Nachtrocknen wird geprüft, ob das Gewicht konstant bleibt.

4. Angabe der Ergebnisse

Der verbleibende Teergehalt des Kraftstoffes, bei geschwulsten Kraftstoffen als Restteer bezeichnet, wird in Gewichtsprozenten, bezogen auf wasserfreien Kraftstoff, mit zwei Dezimalen angegeben.

1. Teerrelone Festkraftstoffe

Braunkohlenbriketts, Holz, Torf, Lignit.

2. Prob

Die Kraftstoffe werden auf die Körnung von 0 - 5 mm (Blatt 1) zerkleinert. Es werden 50 g eingewogen.

3. Prüfgerät

Die Al-Schmelretorte (ohne Tellereinsatz und ohne Dampfzusatz) wird mit einem als Vorlage dienenden Langhalskolben von 500 cm³ Inhalt verbunden.¹⁾ Dieser taucht in ein Wassergefäß von solcher Grösse, dass der Abstand zwischen Vorlage und Gefäßwand überall mindestens 2 cm beträgt. Das Wassergefäß hat einen Wassereintrittsstutzen an der einen Schmalseite unten und einen Wasserüberlauf an der gegenüberliegenden Seite oben.

Der Langhals-Kolben wird mit doppelt durchbohrtem Gummistopfen so an der Schmelretorte befestigt, dass deren Abgangsrohr bis zum kugelförmigen Teil der Vorlage reicht. In die zweite Bohrung wird ein Gasaustrittsrohr eingesetzt, das nach innen etwa 1 cm über den Stopfen vorsteht. Die Vorlage wird soweit in das Wasser gesenkt, als es ohne Berührung des Gummistopfens möglich ist. Das Retortenabgangsrohr wird hierbei kurz vor seinem Eintritt in den Gummistopfen durch übergelegte, ins Wasser eintauchende Stoff- oder Filterpapierstreifen gekühlt, um den Gummistopfen vor Überhitzung zu schützen.

5. Durchführung der Bestimmung

Die Al-Schmelretorte wird durch elektrische Beheizung oder Gasheizung

x) Für Braunkohlenbriketts ist an sich die 100 g Al-Schmelretorte (lichter Durchmesser oben 60-65 mm, unten 48-52 mm) vorgesehen; bei teilweise kann für weniger genaue Bestimmungen die 200 g Al-Schmelretorte verwendet werden.

Teergehalt von Festkraftstoffen

in 65 ± 5 min. auf 510° hochgeheizt und alsdann die Temperatur noch 15 min. lang auf 510 bis 520° gehalten, so dass die gesamte Schmelzeit 80 ± 5 min. beträgt.

Das Kühlwasser soll eine Temperatur von 15 bis 20° haben und in deutlichem Strom durch das Wassergefäß geleitet werden.

Nach beendeter Schmelzung wird die Al-Schmelretorte sogleich aus dem Ofen genommen, wobei die Vorlage noch 10 Minuten an der Retorte bleibt, damit noch Teer aus dem Abgangsrohr in die Vorlage abtropfen kann. Dann wird die Vorlage abgenommen und im Abgangsrohr befindliche Teerreste werden durch Erwärmen des Abgangsrohres in die Vorlage überführt.

Die Vorlage wird abgetrocknet und gewogen. Die Differenz gegen das Gewicht der leeren Vorlage ergibt die Menge an Teer und Schmelwasser in .

Nach Zugabe von etwa 200 cm^3 wasserfreiem Xylol in die Vorlage wird das Schmelwasser durch Rückflussdestillation an einem Liebigkühler bestimmt. Die Destillation wird so lange fortgesetzt, bis das Wasser in dem graduierten Rohr innerhalb von 5 Minuten nicht mehr als $0,03 \text{ cm}^3$ zunimmt. Nach 30 Minuten Abkühlzeit führt man eine saubere Trennung von Xylol und Wasser dadurch herbei, dass man mit einer im Xylol angefeuchteten Federfahne etwas an den Gefäßwänden haftende Wassertropfen herunterstößt, im wassergefüllten Teil haftende Xyloltropfen zum Aufsteigen bringt. Durch sorgfältige Ablegung ist Sorge zu tragen, dass die Ablesung mindestens auf $0,03 \text{ cm}^3$ genau ist. Das in cm^3 abgelesene Schmelwasser wird gleich g Schmelwasser gesetzt.

Die Differenz (Teer + Schmelwasser) - Schmelwasser ergibt den Teer.

4. Angabe der Ergebnisse:

Der Teergehalt wird in Gewichtsprozenten, bezogen auf wasserfreien Kraftstoff, mit einer Dezimale angegeben.

Teergehalt von Festkraftstoffen

in 65 ± 5 min. auf 510° hochgeheizt und alsdann die Temperatur noch 15 min. lang auf 510 bis 520° gehalten, so dass die gesamte Schmelzeit 80 ± 5 min. beträgt.

Das Kühlwasser soll eine Temperatur von 15 bis 20° haben und in deutlichen Strom durch das Wassergefäß geleitet werden.

Nach beendeter Schmelzung wird die Al-Schmelretorte sogleich aus dem Ofen genommen, wobei die Vorlage noch 10 Minuten an der Retorte bleibt, damit noch Teer aus dem Abgangsrohr in die Vorlage abtropfen kann. Dann wird die Vorlage abgenommen und im Abgangsrohr befindliche Teerreste werden durch Erwärmen des Abgangsrohres in die Vorlage überführt.

Die Vorlage wird abgetrocknet und gewogen. Die Differenz gegen das Gewicht der leeren Vorlage ergibt die Menge an Teer und Schmelwasser in g.

Nach Zugabe von etwa 200 cm³ wasserfreiem Xylol in die Vorlage wird das Schmelwasser durch Rückflussdestillation an einem Liebigkühler bestimmt. Die Destillation wird so lange fortgesetzt, bis das Wasser in dem graduierten Rohr innerhalb von 5 Minuten nicht mehr als 0,03 cm³ zunimmt. Nach 30 Minuten Abkühlzeit führt man eine saubere Trennung von Xylol und Wasser dadurch herbei, dass man mit einer im Xylol angefeuchteten Federfahne etwas an den Gefäßwandungen haftende wassertropfen herunterstößt, im wassergefüllten Teil haftende Xyloltropfen zum Aufsteigen bringt. Durch sorgfältige Ablegung ist Sorge zu tragen, dass die Ablesung mindestens auf 0,03 cm³ genau ist. Das in cm³ abgelesene Schmelwasser wird gleich g Schmelwasser gesetzt.

Die Differenz (Teer + Schmelwasser) - Schmelwasser ergibt den Teer.

4. Angabe des Ergebnisses:

Der Teergehalt wird in Gewichtsprozenten, bezogen auf wasserfreien Kraftstoff, mit einer Dezimale angegeben.

Teergehalt von Festkraftstoffen

in 65 ± 5 min. auf 510° hochgeheizt und alsdann die Temperatur noch 15 min. lang auf 510 bis 520° gehalten, so dass die gesamte Schmelzeit 80 ± 5 min. beträgt.

Das Kühlwasser soll eine Temperatur von 15 bis 20° haben und in deutlichen Ström durch das Wassergefäß geleitet werden.

Nach beendeter Schmelung wird die Al-Schmelretorte sogleich aus dem Ofen genommen, wobei die Vorlage noch 10 Minuten an der Retorte bleibt, damit noch Teer aus dem Abgangsrohr in die Vorlage abtropfen kann. Dann wird die Vorlage abgenommen und im Abgangsrohr befindliche Teerreste werden durch Erwärmen des Abgangsrohres in die Vorlage überführt.

Die Vorlage wird abgetrocknet und gewogen. Die Differenz gegen das Gewicht der leeren Vorlage ergibt die Menge an Teer und Schmelwasser in

Nach Zugabe von etwa 200 cm³ wasserfreiem Xylol in die Vorlage wird das Schmelwasser durch Rückflussdestillation an einem Liebigkühler bestimmt. Die Destillation wird so lange fortgesetzt, bis das Wasser in dem graduerten Rohr innerhalb von 5 Minuten nicht mehr als 0,05 cm³ zunimmt. Nach 30 Minuten Abkühlzeit führt man eine saubere Trennung von Xylol und Wasser dadurch herbei, dass man mit einer in Xylol angefeuchteten Federfahne etwas an den Gefäßwänden haftende wassertropfen herunterlösst, im wassergefüllten Teil haftende Xyloltropfen zum Aufsteigen bringt. Durch sorgfältige Ableseung ist Sorge zu tragen, dass die Ableseung mindestens auf 0,03 cm³ genau ist. Das in α abgelesene Schmelwasser wird gleich β Schmelwasser gesetzt.

Die Differenz (Teer + Schmelwasser) - Schmelwasser ergibt den Teer.

4. Angabe des Ergebnisses

Der Teergehalt wird in Gewichtsprozenten, bezogen auf wasserfreien Kraftstoff, mit einer Dezimale angegeben.

Teergehalt von Festkraftstoffen

in 65 ± 5 min. auf 510° hochgeheizt und alsdann die Temperatur noch 15 min. lang auf 510 bis 520° gehalten, so dass die gesamte Schmelzeit 80 ± 5 min. beträgt.

Das Kühlwasser soll eine Temperatur von 15 bis 20° haben und in deutlichem Strom durch das Wassergefäß geleitet werden.

Nach beendeter Schmelzung wird die Al-Schmelretorte sogleich aus dem Ofen genommen, wobei die Vorlage noch 10 Minuten an der Retorte bleibt, damit noch Teer aus dem Abgangsrohr in die Vorlage abtropfen kann. Dann wird die Vorlage abgenommen und im Abgangsrohr befindliche Teerreste werden durch Erwärmen des Abgangsrohres in die Vorlage überführt.

Die Vorlage wird abgetrocknet und gewogen. Die Differenz gegen das Gewicht der leeren Vorlage ergibt die Menge an Teer und Schmelwasser in g.

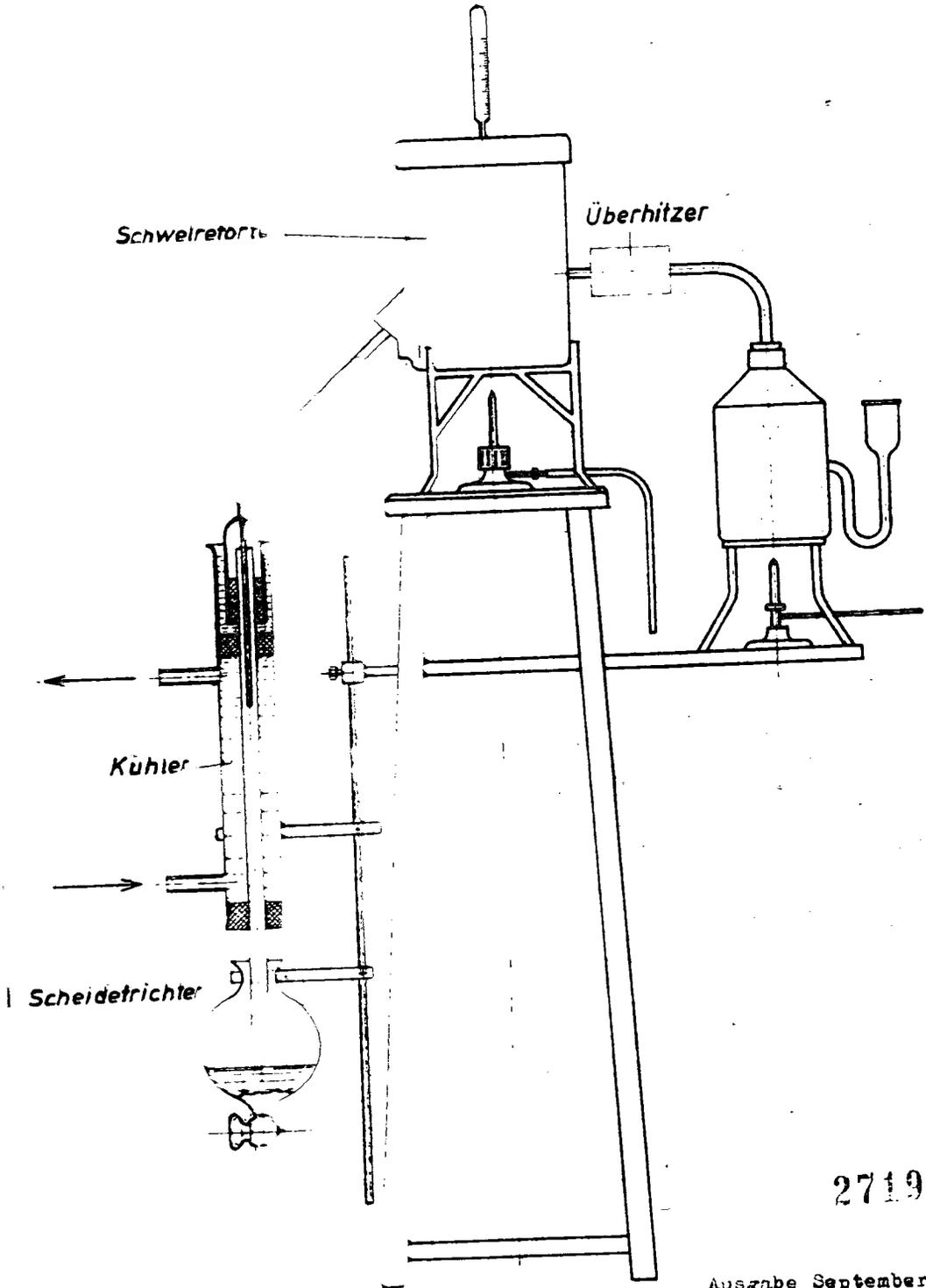
Nach Zugabe von etwa 200 cm^3 wasserfreiem Xylol in die Vorlage wird das Schmelwasser durch Rückflussdestillation an einem Liebigkühler bestimmt. Die Destillation wird so lange fortgesetzt, bis das Wasser in dem graduierten Rohr innerhalb von 5 Minuten nicht mehr als $0,03 \text{ cm}^3$ zunimmt. Nach 30 Minuten Abkühlzeit führt man eine saubere Trennung von Xylol und Wasser dadurch herbei, dass man mit einer in Xylol angefeuchteten Federfahne etwas an den Gefäßwandungen haftende Wassertropfen herunterstößt, im wassergefüllten Teil haftende Xyloltropfen zum Aufsteigen bringt. Durch sorgfältige Ablegung ist Sorge zu tragen, dass die Ablesung mindestens auf $0,03 \text{ cm}^3$ genau ist. Das in cm^3 abgelesene Schmelwasser wird gleich g Schmelwasser gesetzt.

Die Differenz (Teer + Schmelwasser) - Schmelwasser ergibt den Teer.

4. Angabe des Ergebnisses:

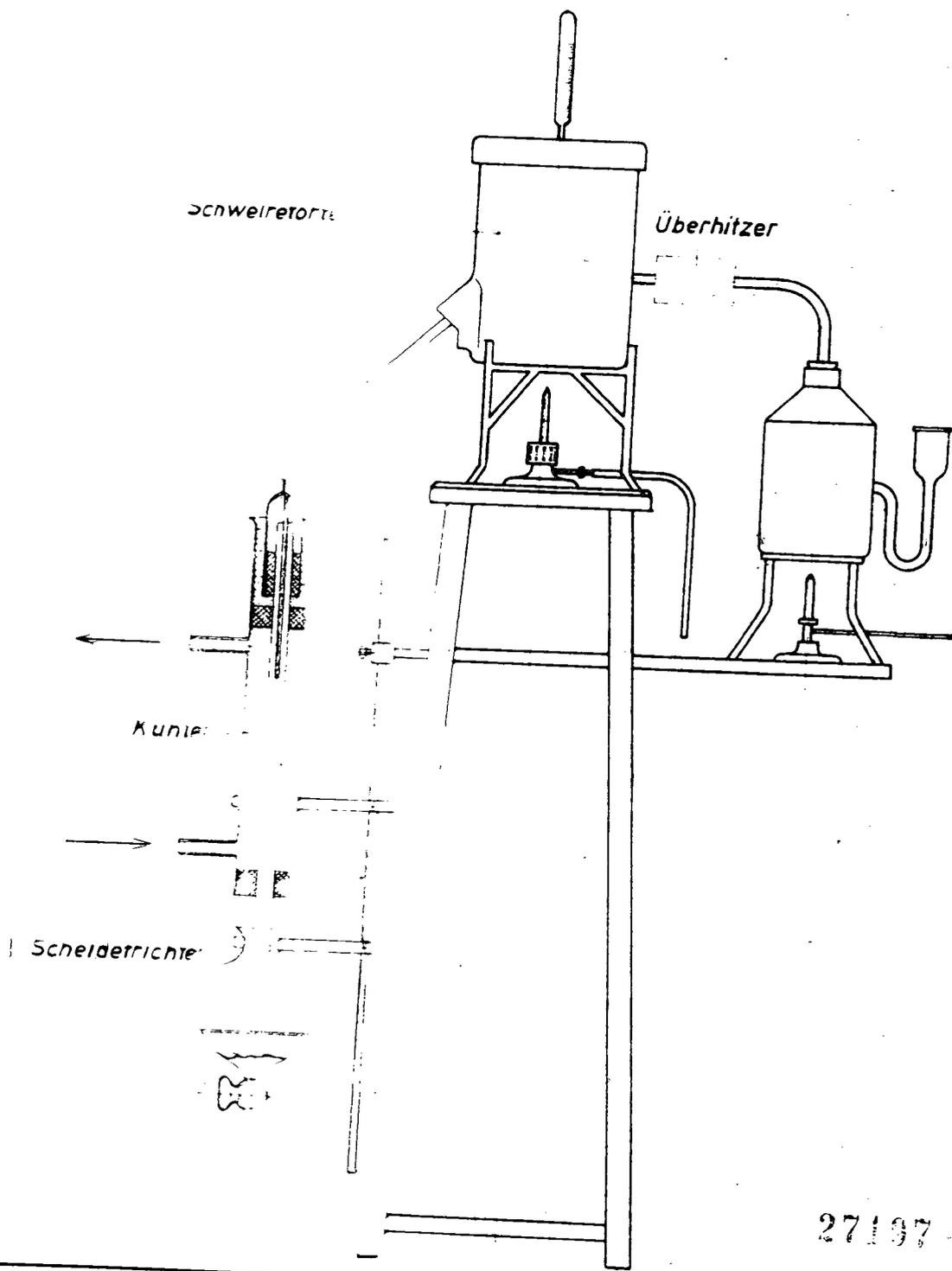
Der Teergehalt wird in Gewichtsprozenten, bezogen auf wasserfreien Kraftstoff, mit einer Dezimale angegeben.

Teergehalt von Festkraftstoffen



27196

Teergehalt von Festkraftstoffen



27197

Zündpunkt und Reaktionsfähigkeit von Festkraftstoffen

Allgemeine-

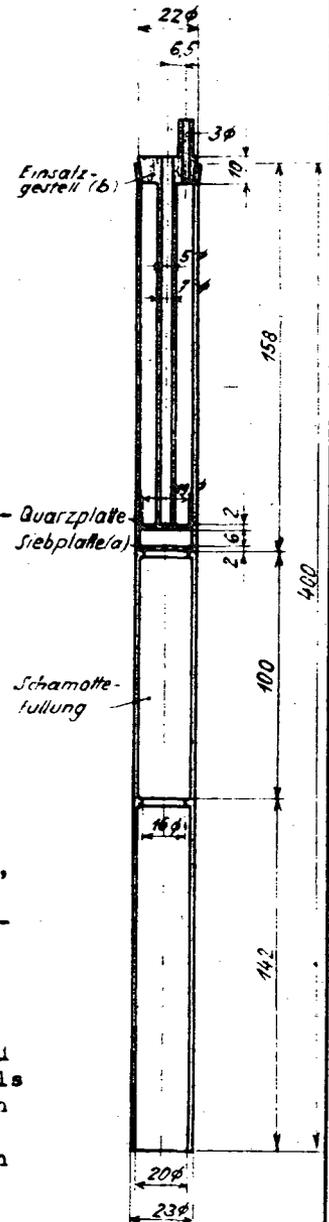
Die Güte der Vergasung des Kraftstoffes wird durch den Zündpunkt und die Reaktionsfähigkeit gekennzeichnet. Der Zündpunkt ist die Temperatur, bei der sich der Kraftstoff im Sauerstoffstrom entzündet. Die Reaktionsfähigkeit ist die Eigenschaft des Kohlenstoffs im Sinne der Gleichung $CO_2 + C = 2CO - 29 \text{ kcal}$ zu reagieren.

A) Zündpunkt.

Der Zündpunkt wird nach Melzer bestimmt. Die Zündpunktbest.-App. nach Melzer besteht aus einem einfachen, durchsichtigen Quarzrohr, das in zwei Drittel seiner Höhe innen einen ringförmigen Ansatz hat, auf dem ein durchlöcherter Quarzplättchen (a) ruht. In das obere Ende des Quarzrohres ist ein Einsatzgestell (b) eingeschliffen, das ebenfalls eine durchlöcherter Quarzplatte trägt und mit der Siebplatte (a) einen Verbrennungsraum von gleichbleibendem Inhalt bildet. Unterhalb der Siebplatte befindet sich eine gekörnte Schamottefüllung, die beiderseitig durch eine dünne Seidenasbestschicht begrenzt ist. Das Einsatzgestell (b) setzt sich aus einem aufgeschliffenen Deckel, einem Entlüftungrohr, einem dünnen Quarzrohr mit angeschnittenen, durchlochten Schirm zusammen. Durch das dünne Quarzrohr und das Entlüftungrohr sind die Schenkel des Thermoelementes derart durchgeführt, daß die Lötstelle außerhalb des Quarzschirmes fest zu liegen kommt. Die Meßstelle hat so stets die gleiche Lage.

Aus der gut getrockneten Probe wird ein Teil herausgemischt und gemörsernt, bis das Gesamtkorn $C,088 \text{ mm}$ ist (4900 Maschensieb). Von diesem Staub werden etwa $0,2 \text{ g}$ auf die Siebplatte (a) der beschriebenen Quarzapparatur lose aufgeschüttet²⁾ und darauf das Einsatzgestell (b) mit den Thermoelementdrähten eingesetzt. Die Vorrichtung wird senkrecht in einen elektrisch beheizbaren Marsofen eingebracht und langsam angeheizt ($20^\circ/30 \text{ s}$). Bei etwa 200° wird gereinigter Sauerstoff (200 ccm/min) durch das untere Ende des Quarzrohres durchgeleitet, die Temperatur alle 10 Sekunden abgelesen. Bei einigermaßen Übung kann man den Zündpunkt durch seinen plötzlichen Ausschlag am Millivoltmeter erkennen und auf die Eintragung in ein Koordinatensystem verzichten.

K) Das Durchfallen der Probe durch das Haltesieb wird durch vorsichtiges Aufbringen mittels eines Spatels bei schräg gestelltem Quarzrohr vorgenommen. Durch das Haltesieb gefallene Probe beeinträchtigt das Ergebnis der Zündpunktbestimmung noch nicht. Durch Schütteln und Umstülpen des Quarzrohres sowie durch Auswischen mit einem Asbestbausch, den man zweckmäßig an einem Draht befestigt, läßt sich die Apparatur leicht reinigen.



27193

Zündpunkt und Reaktionsfähigkeit von Festkraftstoffen

Allgemeine.

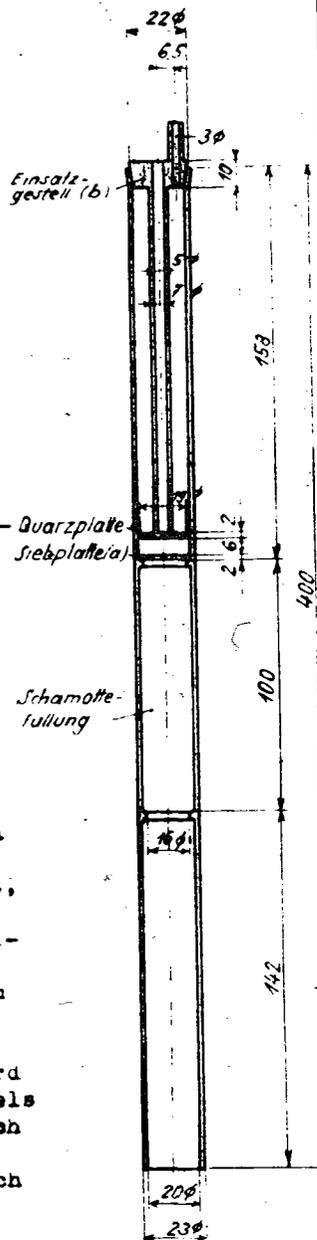
Die Güte der Vergasung des Kraftstoffes wird durch den Zündpunkt und die Reaktionsfähigkeit gekennzeichnet. Der Zündpunkt ist die Temperatur, bei der sich der Kraftstoff im Sauerstoffstrom entzündet. Die Reaktionsfähigkeit ist die Eigenschaft des Kohlenstoffs im Sinne der Gleichung $C_{60} + C = 200-29$ kcal zu reagieren.

A) Zündpunkt.

Der Zündpunkt wird nach Melzer bestimmt. Die Zündpunktbest.-app. nach Melzer besteht aus einem einfachen, durchsichtigen Quarzrohr, das in zwei Dritteln seiner Höhe innen einen ringförmigen Ansatz hat, auf dem ein durchlöcherter Quarzplättchen (a) ruht. In das obere Ende des Quarzrohres ist ein Einsatzgestell (b) eingeschliffen, das ebenfalls eine durchlöcherter Quarzplatte trägt und mit der Siebplatte (a) einen Verbrennungsraum von gleichbleibendem Inhalt bildet. Unterhalb der Siebplatte befindet sich eine gekörnte Schamottefüllung, die beiderseitig durch eine dünne Seidenasbestschicht begrenzt ist. Das Einsatzgestell (b) setzt sich aus einem aufgeschliffenen Deckel, einem Anlüftungsrohr, einem dünnen Quarzrohr mit angeschmolzenen, durchlochtem Schirm zusammen. Durch das dünne Quarzrohr und das Anlüftungsrohr sind die Schenkel des Thermoelements derart durchgeführt, daß die Lötstelle außerhalb des Quarzschirmes fest zu liegen kommt. Die Meßstelle hat so stets die gleiche Lage.

Aus der gut getrockneten Probe wird ein Teil herausgemischt und gemörsert, bis das Gesamtkorn 0,088 mm ist (4900 Maschen Sieb). Von diesem Staub werden etwa 0,2 g auf die Siebplatte (a) der beschriebenen Quarzapparatur lose aufgeschüttet^{x)} und darauf das Einsatzgestell (b) mit den Thermoelementdrähten eingesetzt. Die Vorrichtung wird senkrecht in einen elektrisch beheizbaren Marssofen eingebracht und langsam angeheizt (20°/30 s). Bei etwa 200° wird gereinigter Sauerstoff (200 ccm/min) durch das untere Ende des Quarzrohres durchgeleitet, die Temperatur alle 10 Sekunden abgelesen. Bei einigermaßen Übung kann man den Zündpunkt durch seinen plötzlichen Ausschlag am Millivoltmeter erkennen und auf die Eintragung in ein Koordinatensystem verzichten.

x) Das Durchfallen der Probe durch das Haltesieb wird durch vorsichtiges Aufbringen mittels eines Spatels bei schräg gestelltem Quarzrohr vorgenommen. Durch das Haltesieb gefallene Probe beeinträchtigt das Ergebnis der Zündpunktbestimmung noch nicht. Durch Schütteln und Umstülpen des Quarzrohres sowie durch Auswischen mit einem Asbestbausch, den man zweckmäßig an einem Draht befestigt, läßt sich die Apparatur leicht reinigen.



Zündpunkt und Reaktionsfähigkeit von Festkraftstoffen

B. Reaktionsfähigkeit:

Die Reaktionsfähigkeit R_f wird in dem Gerät von Bühr ermittelt, in dem die Probe in konstantem CO_2 -Strom bei verschiedenen Temperaturen bis 1000° erhitzt und das jeweils entstandene Gasgemisch auf CO und CO_2 untersucht wird. Die vollständige Umsetzung von CO_2 zu CO wird mit $R_f = 100$ bezeichnet. Dabei geben die Werte von 550° bis 750° ein Maß für das Anlaßverhalten und die oberen Werte bis etwa 1000° ein Maß für das Betriebsverhalten an.

Die zerkleinerte, lufttrockene Probe wird durch zwei Siebe von 3 und 6 mm geschlagen; das auf 3 mm-Sieb liegenbleibende und über das 6 mm-Sieb durchgehende Gut wird bei 110° getrocknet und untersucht. Ein Quarzrohr (s. Abbildungen) (100 cm lang; 1,2 cm Dmr.) wird in seinem unteren Teil mit einer Schicht Quarzscherben von ca. 20 cm Höhe beschickt, auf die ein Asbestpfropfen locker aufgesetzt wird (2, 3). Auf diesen wird die Probe (4) eingefüllt und deren Höhe durch leichtes Klopfen des Rohres auf genau 20 cm eingestellt. Auf diese Schicht folgt ein Verdrängungskörper (5) (Quarzrohr 10 mm ϕ ; 350 mm lang mit Luftloch versehen); ein Stopfen schliesst das Rohr ab. Durch diesen sind ein Thermoelement (6), das bis zum oberen Ende der Probe reicht, und die Gasableitung (Kapillarrohr) eingeführt. Weitere Thermoelemente befinden sich unterhalb der Probe (7) und in der Mitte des Ofens an der Aussenseite des Quarzrohres (8). Das Rohr ist in einen elektrischen Ofen von 80 cm Länge (9), der in der Mitte eine gleichmäßig heiße Zone von 50 cm gewährleistet, eingebaut.

Die Kohlensäure wird der Stahlflasche (10) entnommen, nachdem durch vorherige Entspannung etwa vorhandene Luft aus ihr entfernt worden ist. Sie strömt mit 20 l/h durch den Strömungsmesser (14) und die mit konz. Schwefelsäure bzw. Chlorcalcium beschickten Reinigungsapparate (24) über den Hahn (11) in die mit Wasser gefüllte Waschflasche (12) und spült die Apparatur luftfrei. Inzwischen wird der Ofen auf etwa 550° angeheizt; dann wird der Regulierhahn (13) so eingestellt, dass genau 2 l CO_2 /h durch den Strömungsmesser (14) gehen. Ist die Temperatur von 700° erreicht, so wird der Hahn (11) geschlossen und der Hahn (15), an den sich der mit konz. Schwefelsäure gefüllte Blasenähler (16) anschliesst, geöffnet. Der CO_2 -Strom wird durch Druckregler (17) und unter Beachtung der Drücke in den Manometern (18 und 19) konstant gehalten. Das entstehende Gas geht zunächst durch den Hahn (20) über die Flasche (12) ins Freie (CO -Gefahr!). Sobald die Temperatur sich 10 Minuten auf 550° hält, wird der Hahn (20) geschlossen und der Hahn (21) geöffnet. Durch Auslauf der Sperrflüssigkeit (verd. Schwefelsäure) aus der Gaswurst (22) und durch Öffnen des Hahns (23) wird das entstandene Gas unter Beobachtung des Druckmessers (19) abgezogen und analysiert. Man steigert dann die Temperatur des Ofens auf 600° , 650° u. s. f. bis 1000° und zieht von 50° zu 50° jeweils die Gasprobe

$$R_f = \frac{\% \text{CO}}{\% \text{CO} + 2 (\% \text{CO}_2)} \cdot 100;$$

Man trägt die erhaltenen Zahlen in ein Kurvenblatt ein, auf dessen senkrechter Achse die Reaktionsfähigkeit zweckmässig in log. Darstellung aufgetragen ist.

Zündpunkt und Reaktionsfähigkeit von Festkraftstoffen

B. Reaktionsfähigkeit

Die Reaktionsfähigkeit R_f wird in dem Gerät von Bähr ermittelt, in dem die Probe in konstantem CO_2 -Strom bei verschiedenen Temperaturen bis 1000° erhitzt und das jeweils entstandene Gasgemisch auf CO und CO_2 untersucht wird. Die vollständige Umsetzung von CO_2 zu CO wird mit $R_f = 100$ bezeichnet. Dabei geben die Werte von 550° bis 750° ein Maß für das Anlaufverhalten und die oberen Werte bis etwa 1000° ein Maß für das Betriebsverhalten an.

Die zerkleinerte, lufttrockene Probe wird durch zwei Siebe von 3 und 0 mm geschlagen; das auf 3 mm-Sieb liegende und über das 0 mm-Sieb durchgehende Gut wird bei 110° getrocknet und untersucht. Ein Quarzrohr (s. Abbildungen) (100 cm lang; 1,2 cm Dmr.) wird in seinem unteren Teil mit einer Schicht Quarzscherben von ca. 20 cm Höhe beschickt, auf die ein Asbestpfropfen locker aufgesetzt wird (2, 3). Auf diesen wird die Probe (4) eingefüllt und deren Höhe durch leichtes Klopfen des Rohres auf genau 20 cm eingestellt. Auf diese Schicht folgt ein Verdrängungskörper (5) (Quarzrohr 10 mm ϕ ; 350 mm lang mit Luftloch versehen); ein Stopfen schließt das Rohr ab. Durch diesen sind ein Thermoelement (6), das bis zum oberen Ende der Probe reicht, und die Gasableitung (Kapillarrohr) eingeführt. Weitere Thermoelemente befinden sich unterhalb der Probe (7) und in der Mitte des Ofens an der Aussenseite des Quarzrohres (8). Das Rohr ist in einen elektrischen Ofen von 80 cm Länge (9), der in der Mitte eine gleichmäßig heiße Zone von 50 cm gewährleistet, eingebaut.

Die Kohlensäure wird der Stahlflasche (10) entnommen, nachdem durch vorherige Entspannung etwa vorhandene Luft aus ihr entfernt worden ist. Sie strömt mit 20 l/h durch den Strömungsmesser (14) und die mit konz. Schwefelsäure bzw. Chlorcalcium beschickten Reinigungsapparate (24) über den Hahn (11) in die mit Wasser gefüllte Waschflasche (12) und spült die Apparatur luftfrei. Inzwischen wird der Ofen auf etwa 550° angeheizt; dann wird der Regulierhahn (13) so einstellt, dass genau 2 l CO_2 /h durch den Strömungsmesser (14) gehen. Ist die Temperatur von 700° erreicht, so wird der Hahn (11) geschlossen und der Hahn (15), an den sich der mit konz. Schwefelsäure gefüllte Blasenähler (16) anschliesst, geöffnet. Der CO_2 -Strom wird durch Druckregler (17) und unter Beachtung der Drücke in den Manometern (18 und 19) konstant gehalten. Das entstehende Gas geht zunächst durch den Hahn (20) über die Flasche (12) ins Freie (CO-Gefahr!). Sobald die Temperatur sich 10 Minuten auf 550° hält, wird der Hahn (20) geschlossen und der Hahn (21) geöffnet. Durch Auslauf der Sperrflüssigkeit (verd. Schwefelsäure) aus der Gaswurst (22) und durch Öffnen des Hahns (23) wird das entstandene Gas unter Beobachtung des Druckmessers (19) abgezogen und analysiert. Man steigert dann die Temperatur des Ofens auf 600° , 650° u. s. f. bis 1000° und zieht von 50° zu 50° jeweils die Gasprobe

$$R_f = \frac{\% \text{CO}}{\% \text{CO} + 2 (\% \text{CO}_2)} \cdot 100;$$

Man trägt die erhaltenen Zahlen in ein Kurvenblatt ein, auf dessen senkrechter Achse die Reaktionsfähigkeit zweckmäßig im log. Maßstab aufgetragen ist.

Zunapunkt und Reaktionsfähigkeit von Festkraftstoffen

B. Reaktionsfähigkeit:

Die Reaktionsfähigkeit R_f wird in dem Gerät von Bähr ermittelt, in dem die Probe in konstantem CO_2 -Strom bei verschiedenen Temperaturen bis 1000° erhitzt und das jeweils entstandene Gasgemisch auf CO und CO_2 untersucht wird. Die vollständige Umsetzung von CO_2 zu CO wird mit $R_f = 100$ bezeichnet. Dabei geben die Werte von 550° bis 750° ein Maß für das Anlaufverhalten und die oberen Werte bis etwa 1000° ein Maß für das Betriebsverhalten an.

Die zerkleinerte, lufttrockene Probe wird durch zwei Siebe von 3 und 6 mm geschlagen; das auf 3 mm-Sieb liegenbleibende und über das 6 mm-Sieb durchgehende Gut wird bei 110° getrocknet und untersucht. Ein Quarzrohr (s. Abbildungen) (100 cm lang; 1,2 cm Dmr.) wird in seinem unteren Teil mit einer Schicht Quarzscherben von ca. 20 cm Höhe besonnet, auf die ein Asbestpfropfen locker aufgesetzt wird (2, 3). Auf diesen wird die Probe (4) eingefüllt und deren Höhe durch leichtes Klopfen des Rohres auf genau 20 cm eingestellt. Auf diese Schicht folgt ein Verdängungskörper (5) (Quarzrohr 10 cm ϕ ; 350 mm lang mit Luftloch versehen); ein Stopfen schließt das Rohr ab. Durch diesen sind ein Thermoelement (6), das bis zum oberen Ende der Probe reicht, und die Gasableitung (Kapillarrohr) eingeführt. Weitere Thermoelemente befinden sich unterhalb der Probe (7) und in der Mitte des Ofens an der Aussenseite des Quarzrohres (8). Das Rohr ist in einen elektrischen Ofen von 80 cm Länge (9), der in der Mitte eine gleichmäßig heiße Zone von 50 cm gewährt, eingebaut.

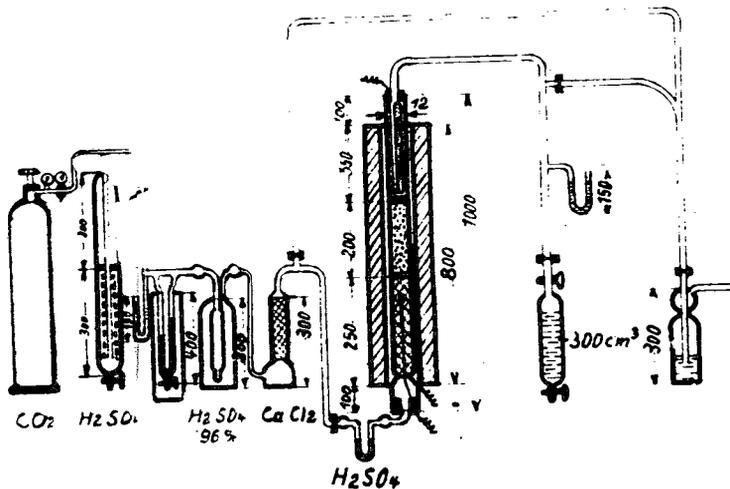
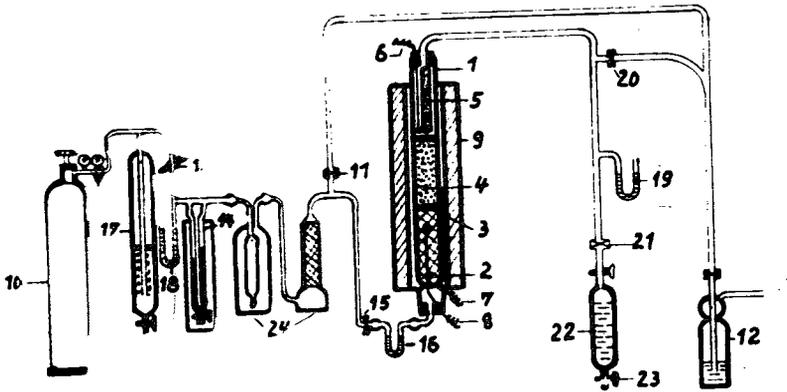
Die Kohlensäure wird der Stahlflasche (10) entnommen, nachdem durch vorherige Entspannung etwa vorhandene Luft aus ihr entfernt worden ist. Sie strömt mit 20 l/h durch den Strömungsmesser (14) und die mit konz. Schwefelsäure bzw. Chlorcalcium beschickten Reinigungsapparate (24) über den Hahn (11) in die mit Wasser gefüllte Waschflasche (12) und spült die Apparatur luftfrei. Inzwischen wird der Ofen auf etwa 550° angeheizt; dann wird der Regulierhahn (13) so eingestellt, das genau 2 l CO_2 /h durch den Strömungsmesser (14) gehen. Ist die Temperatur von 700° erreicht, so wird der Hahn (11) geschlossen und der Hahn (15), an den sich der mit konz. Schwefelsäure gefüllte Blasenähler (16) anschließt, geöffnet. Der CO_2 -Strom wird durch Druckregler (17) und unter Beachtung der Drücke in den Manometern (18 und 19) konstant gehalten. Das entstehende Gas geht zunächst durch den Hahn (20) über die Flasche (12) ins Freie (CO -Gefahr!). Sobald die Temperatur sich 10 Minuten auf 550° hält, wird der Hahn (20) geschlossen und der Hahn (21) geöffnet. Durch Auslauf der Spermflüssigkeit (verd. Schwefelsäure) aus der Gaswurst (22) und durch Öffnen des Hahns (23) wird das entstandene Gas unter Beobachtung des Druckmessers (19) abgezogen und analysiert. Man steigert dann die Temperatur des Ofens auf 600° , 650° u. s. f. bis 1000° und zieht von 50° zu 50° jeweil. die Gasprobe

$$R_f = \frac{\% CO}{\% CO + 2 (\% CO_2)} \cdot 100;$$

Man trägt die erhaltenen Zahlen in ein Kurvenblatt ein, auf dessen senkrechter Achse die Reaktionsfähigkeit zweifach im log. Maßstab eingetragen ist.

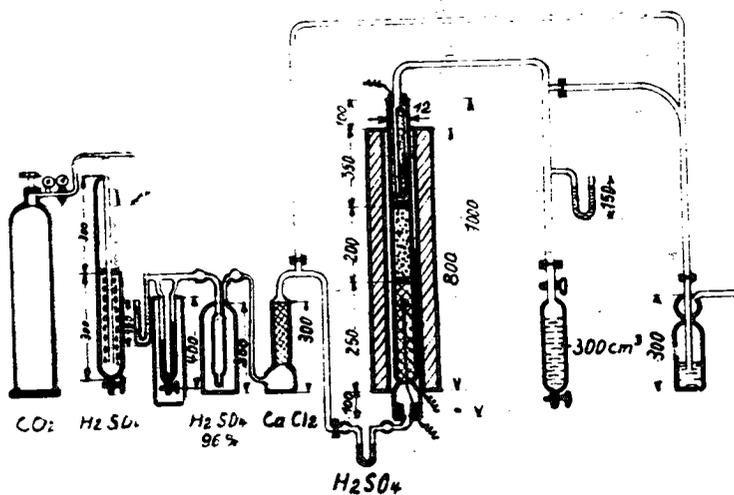
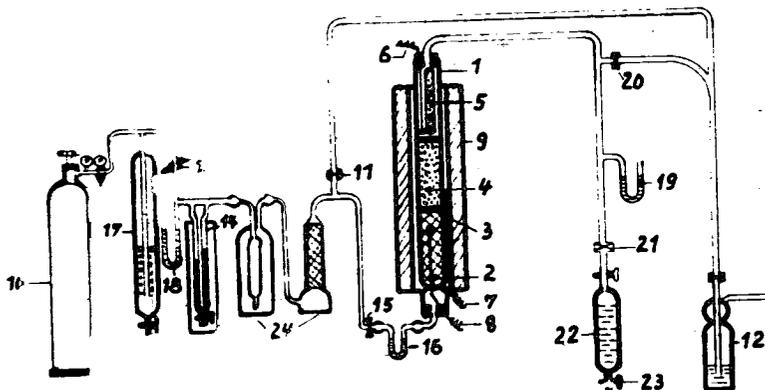
Zündpunkt und Reaktionsfähigkeit von Festkraftstoffen

Bevor der Kraftstoff im Generator vergast wird, ist er längere Zeit einer höheren Temperatur ausgesetzt, wobei die flüchtigen Bestandteile ausgetrieben werden. Es ist also auch wichtig zu wissen, welche Reaktionsfähigkeit ein vorerhitzter von den flüchtigen Bestandteilen freier Kraftstoff hat. Deshalb ist eine zweite Reaktionsfähigkeitsmessung mit einer im Stickstoffstrom auf 1000° erhitzten Kraftstoffprobe vorzunehmen. Diese Vorerhitzung wird in der gleichen Apparatur, wie die Reaktionsfähigkeitsmessung, durchgeführt. Man leitet anstelle von CO_2 Stickstoff durch die Apparatur unter gleichzeitigen Erhitzen auf 1000° und beläßt die Probe eine halbe Stunde auf dieser Temperatur. Nun läßt man im Stickstoffstrom erkalten, verdrängt den Stickstoff durch CO_2 und bezingt mit der Reaktionsfähigkeitsmessung wie oben.



Zündpunkt und Reaktionsfähigkeit von Festkraftstoffen

bevor der Kraftstoff im Generator vergast wird, ist er längere Zeit einer höheren Temperatur ausgesetzt, wobei die flüchtigen Bestandteile ausgetrieben werden. Es ist also auch wichtig zu wissen, welche Reaktionsfähigkeit ein vorerhitzter von den flüchtigen Bestandteilen freier Kraftstoff hat. Deshalb ist eine zweite Reaktionsfähigkeitsmessung mit einer im Stickstoffstrom auf 1000° erhitzten Kraftstoffprobe vorzunehmen. Diese Vorerhitzung wird in der gleichen Apparatur, wie die Reaktionsfähigkeitsmessung, durchgeführt. Man leitet anstelle von CO_2 Stickstoff durch die Apparatur unter gleichzeitigen Erhitzen auf 1000° und belässt die Probe eine halbe Stunde lang auf dieser Temperatur. Nun lässt man im Stickstoffstrom erkalten, verdrängt den Stickstoff durch CO_2 und beginnt mit der Reaktionsfähigkeitsmessung wie oben.



Wasser-und Aschegehalt

Gehalt an flüchtigen Bestandteilen von Festkraftstoffen

Die Prüfung erfolgt nach DIN 53721 sowie DIN DVM 3725.

Allgemeines:

Für den Betrieb des Fahrzeuggenerators sind Wassergehalt, Aschegehalt, sowie Gehalt an flüchtigen Bestandteilen wichtig, die zusammen die Kurzanalyse bilden.

Der Wassergehalt wird in der Regel in zwei Stufen bestimmt:

- a) Grobe Feuchtigkeit durch Trocknen der Brennstoffe an der Luft bis zur praktischen Gewichtskonstanz.
- b) Hygroskopische Feuchtigkeit in den lufttrockenen Brennstoffen, nach dem Xylolverfahren, bzw. mit Tetrachloräthan, oder durch Trocknen im Trockenschrank bei $106 \pm 2^\circ$ und Atmosphärendruck.

Hinsichtlich der Asche ist zu bemerken, dass durch den Verbrennungsvorgang ein veränderter sekundärer Rückstand entsteht. Die Asche kann daher nicht den ursprünglichen in der Kohle vorhandenen Mineralstoffen oder auch nicht den Feuerungsrückständen im Betrieb (Asche und Schlacke) gleichgesetzt werden, da deren Menge abhängig ist von den Verbrennungsbedingungen.

Die Bestimmung der flüchtigen Bestandteile wird durch Verkokung des Kraftstoffes durchgeführt und aus dem Gewichtsverlust, abzüglich der hygroskopischen Feuchtigkeit, die Menge der flüchtigen Bestandteile errechnet.

A. Bestimmung des Wassergehaltes

1. Grobe Feuchtigkeit:

Die nach Blatt 1 erhaltene Probe wird gewogen und bis zur Gewichtskonstanz an der Luft bei etwa 20° und $60 \pm 10\%$ relativer Luftfeuchtigkeit getrocknet. Aus dem Gewichtsunterschied wird die grobe Feuchtigkeit in Gewichtsprozenten, bezogen auf das ursprüngliche Gewicht, errechnet. Die so erhaltene lufttrockene Probe wird auf weniger als 1 mm Korngrösse zerkleinert. Ein Teil wird zur Bestimmung der hygroskopischen Feuchtigkeit verwendet, der Rest oder ein Teil davon wird auf eine Korngrösse von weniger als 0,2 mm gebracht und dient für weitere analytische Untersuchungen (lufttrockene Analysprobe).

2. Hygroskopische Feuchtigkeit

Das Xylolverfahren oder das Verfahren mit Tetrachloräthan sind allgemein zweckmässig bei Proben mit höheren Wassergehalten; sie müssen bei allen trocknungsempfindlichen Brennstoffen angewendet werden. Trocknungsempfindlich sind alle jüngeren fossilen Brennstoffe und Holz.

a) Bestimmung nach dem Xylolverfahren

25 g. bei geringem Wassergehalt 50 g, der lufttrockenen, unter 1 mm Korngrösse zerkleinerten Probe werden in einem Kurzhals-Rundkolben 500 mit aufgelegtem Rand, DEHO 5, eingewogen, bei Verwendung eines Rückflusskühlers mit 100 g, bei Verwendung eines absteigenden Kühlers mit 200 g technischem, wassergesättigtem Xylol überschichtet und gut durchgeschüttelt. Das Kraftstoff-Xylol-Gemisch wird in dem Kolben zunächst langsam, dann schneller erhitzt. Die entweichenden Dämpfe

Ausgabe September 1944