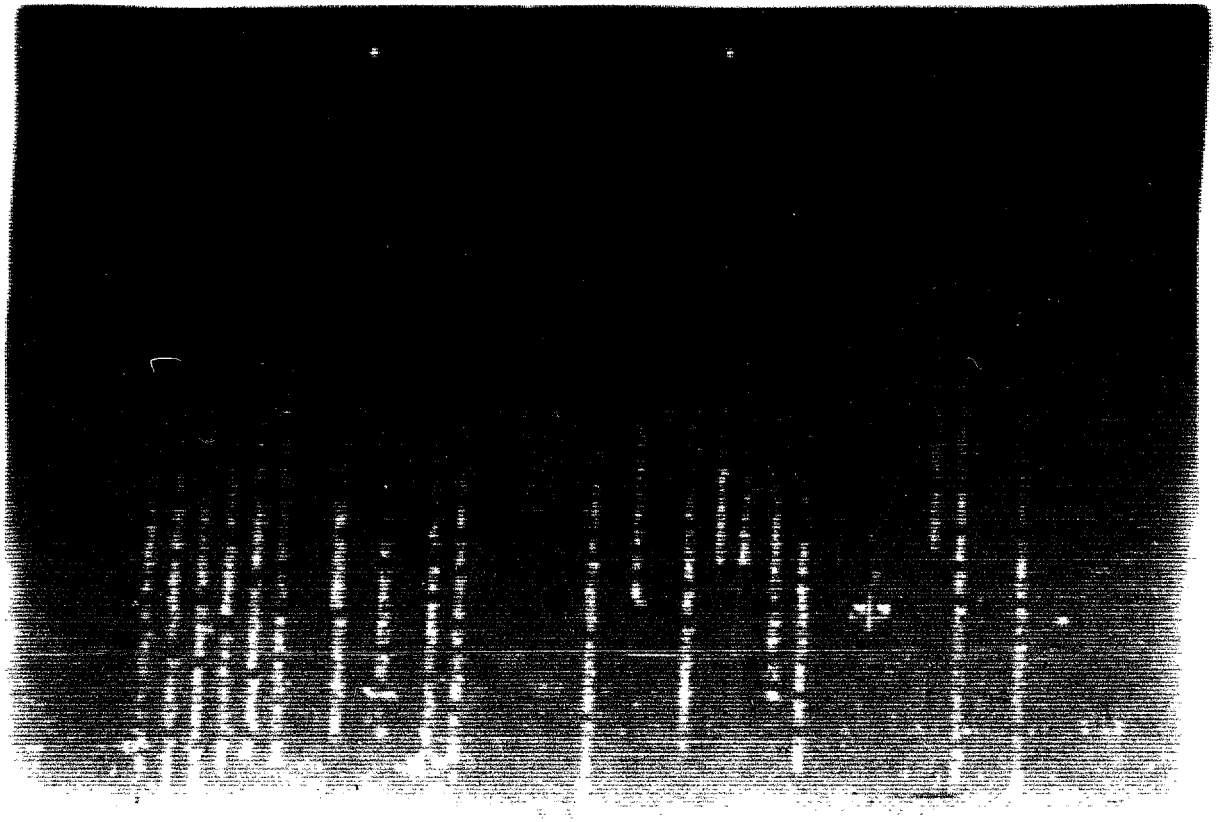
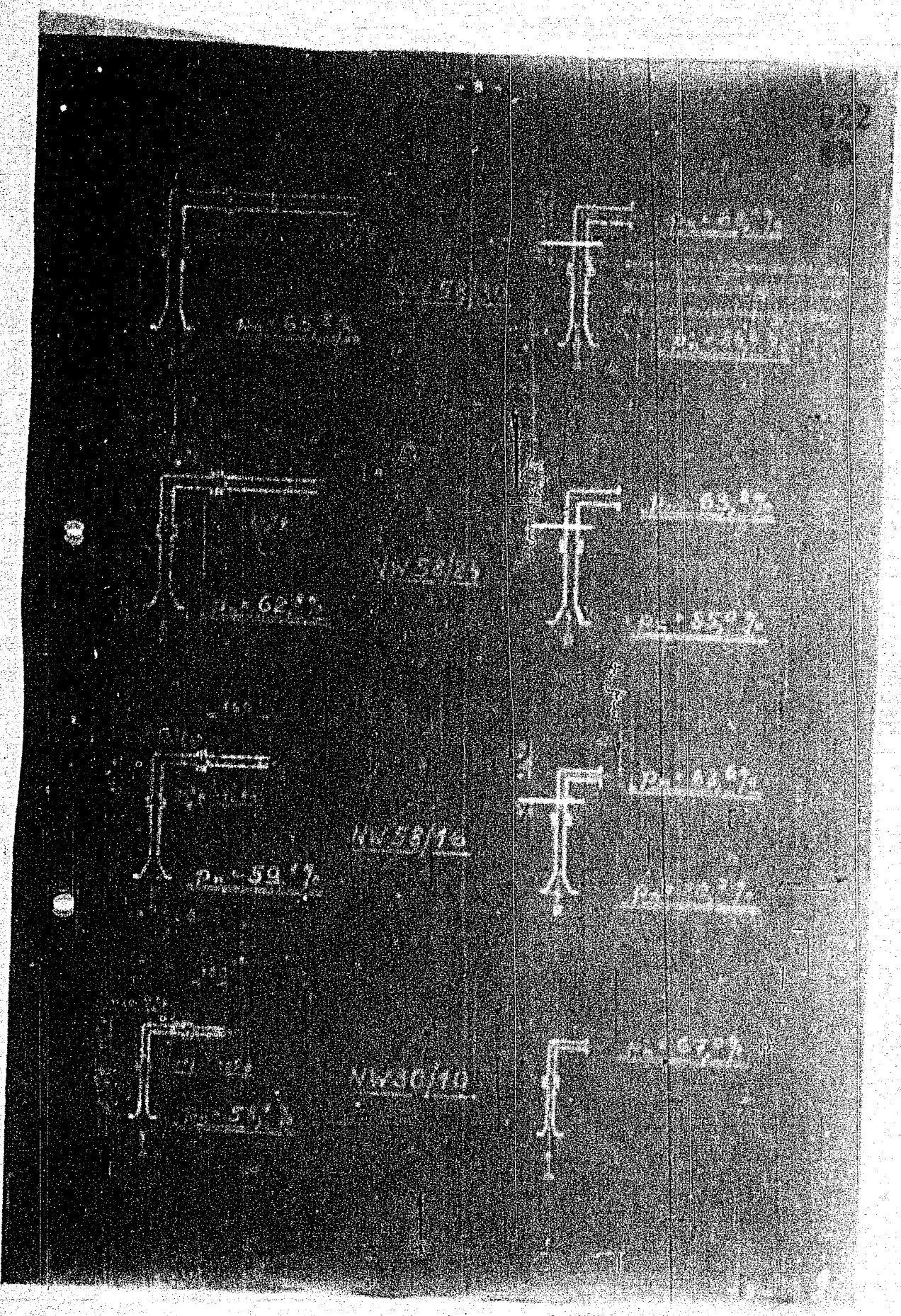


[illegible]

[illegible]

[illegible] Die Versuchsreihe wurde in weiter [illegible] [illegible] und [illegible] mit der Bildung [illegible] [illegible] Aus den gemessenen Daten [illegible] [illegible] in derselben Weise wie [illegible] [illegible] und im Verhältnis zum [illegible] [illegible] Das Verhältnis von Bakterien [illegible] [illegible] von 5 bis 100 [illegible] [illegible] von [illegible] Versuchsreihen mit [illegible]



Die Widerstandsbeiwerte werden als wahre nach folgender Formel gerechnet:

[illegible]

Bei den Geschwindigkeiten tritt in der Rechnung die Schwierigkeit auf, daß sowohl w als auch γ mit der Kolbenlage stark veränderlich sind, wenn ich es für ein unendlich kurzes Wegstück – dl – gilt. Wir haben daher folgende Gleichung als Differentialgleichung

[illegible]

geschrieben und unter Berücksichtigung der Veränderlichkeit von w und γ über die Rohrlänge integriert. Die Lösungen dieser Differentialgleichung sind im Anhang behandelt, eine einfache Näherungslösung ist im nächsten Teil bei den Rechenbeispielen gegeben. Wesentliche Schwierigkeit tritt bei der Berechnung und Anwendung der Widerstandsbeiwerte der Formstücke auf. Da jedoch hier im Gegensatz zu den Rohren die Veränderlichkeit von Geschwindigkeit und spez. Gewicht nicht kontinuierlich erfaßt werden kann, muß man jeweils die Mittelwerte w^2 und γ zwischen Ein- und Austritt als Rechengrundlage heranziehen.

[illegible]

Die Lösungen dieser Ausdrücken sind wieder im Anhang behandelt. Ihre Anwendung ist auch ohne Studium Anhang aus dem nächsten Abschnitt "Rechenbeispiele" klar ersichtlich. Auf eine Besonderheit der Lösung sei noch hingewiesen. Es zeigt sich, daß die Verhältnisse Druckverlust zu Anfangsdruck unabhängig von Druck, Temperatur und spez. Gewicht des Gases ist und nur von dem Exponenten der Adiabate abhängt, enthält das das aus einem Rohrsystem mit Schallgeschwindigkeit austritt. Mit Hilfe obiger Gleichungen wurde ein Teil der Versuche ausgewertet und folgende Kennlinien

[illegible] von Hütte I/175 (Hept 6, Prom)

[illegible]

Linien [illegible] = 0'3 (verwendet [illegible] zwischen 0 u. 0'5)

[illegible] sind ebenso wie H. Linien zu gebrauchen.

Für die Berechnung der Reaktion schlagen wir vor, die niedrigsten Eingangsbeiwerte zu verwenden, wie etwa:

Für die Berechnung der Reaktion schlagen wir vor, die niedrigeren Widerstände [illegible] wie etwa:

Wirkoberfläche [illegible] = [illegible] (ohne die beiden Schenkel, deren Widerstand [illegible] rechnet werden muß)

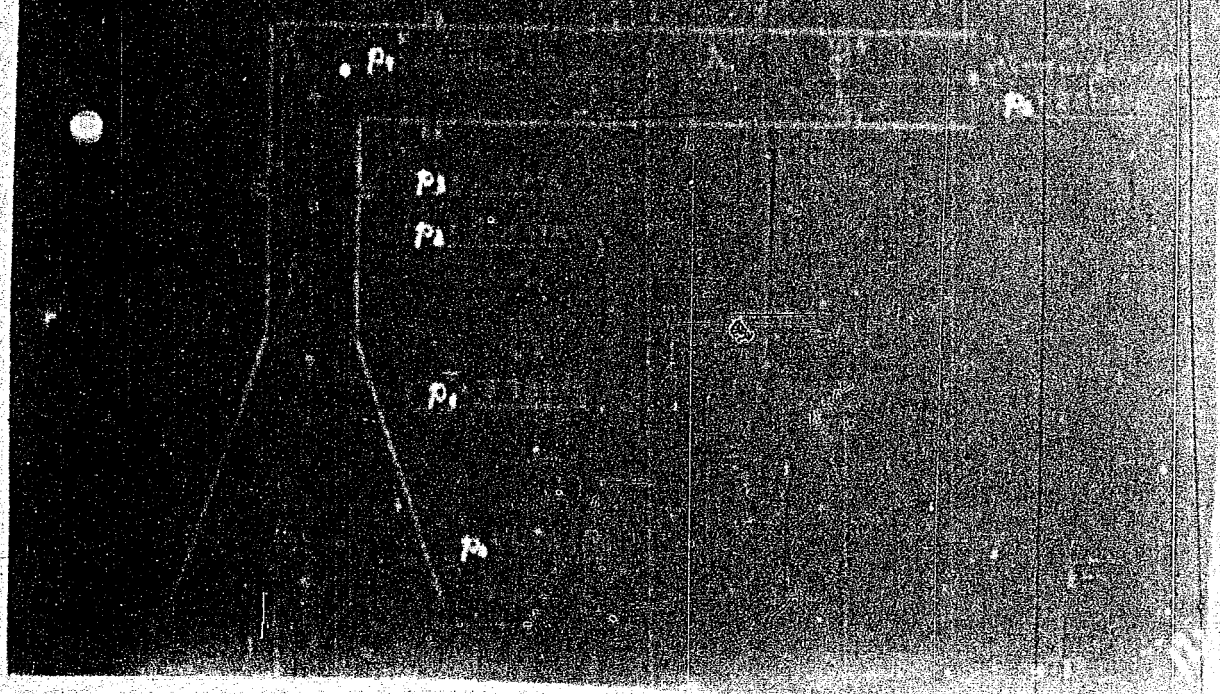
Reduzierstücke = 2'05

Rohre NW 320 – – = 0'0221
NW 135 – – = 0'0213
NW 60 – – = 0'0202

nach Blatte I/475, gilt auch hier [illegible] $\lambda = 10^{-3}\,(w/d)^{0'334}$ [illegible] $\lambda \doteq 1\%$ für diese [illegible]

[illegible]

Wir haben hier ein Stück einer Rohrdruckleitung an Hydraulikrohr [illegible] etwa bei einem Rohrbruch übrigbleiben könnte. Die eingesetzten Werte [illegible] von ihrem Enddruck von 670 atü aus, können jedoch [illegible] mittels Rechenschieber progressiv ausgerechnet werden. Zur Berechnung [illegible] vorhergehenden Abschnitt und im Anhang besprochen, [illegible] spez. Gewicht des ausströmenden Gases und hängt nur von der Temperatur [illegible] ab. Wir haben hier γ_{ltg} = 3,2 gerechnet. Der Widerstand [illegible] läßt sich [illegible] da bei dem großen Durchmesser der Rohre die Flanschen [illegible] angesehen werden können.



[illegible] mit kritischer Geschwindigkeit ausströmenden Gase wurde [illegible] Abschnitt besprochenen Werte genommen, also:

0'0213

[illegible] auf [illegible] der Geschwindigkeit [illegible]

[illegible] [illegible] Werte genommen, [illegible]

[illegible]

[illegible] einer Tangente an Kurve

[illegible]

[illegible] übersichtlich zu halten und [illegible]

[illegible] bezeichnet [illegible] bis [illegible].

[illegible] Versuchsanlagen und der Ausführung [illegible]
[illegible] und in die Umgebung eingreifen, die
[illegible] Arbeitsmittel

[illegible]

[illegible]

[illegible]

[illegible] Versuchsanlagen sind Versuche [illegible] die [illegible]
[illegible] durchgeführt werden. Es ist [illegible]
[illegible] unter einer Vorgabe, die Dinge [illegible]
[illegible] der Zeit verändern, sind [illegible]
[illegible] über das Verhalten der [illegible]
[illegible] der Versuchsgegenstände [illegible]
[illegible] Versuche dienen. In folge [illegible]
[illegible] Versuchsanlagen [illegible]

[illegible]	Leitungs-[illegible]	[illegible]	[illegible]
[illegible]	[illegible] mm	[illegible]	[illegible]
[illegible]	250	[illegible]	[illegible]
[illegible]	250	[illegible]	[illegible]
[illegible]	250	[illegible]	[illegible]
[illegible]	200	[illegible]	[illegible]

[illegible] Bezeichnungen und Maßeinheiten

[illegible] oder "2" usw.

[illegible] an der Austrittsstelle bei Schallgeschwindigkeit

[illegible] "1" oder "2" usw.

[illegible] am Punkt "1" oder "2" usw.

[illegible] bei 15°C, 1 ata

[illegible] bei T_1 oder T_2° Kelvin und 1 ata

[illegible] an der Austrittsstelle bei Schallgeschwindigkeit

[illegible] am Punkt "1" oder "2" usw.

[illegible] an der Austrittsstelle bei Schallgeschwindigkeit

[illegible] der Wärmeeinheit = 426.9 kgm/kcal

[illegible] Wärme bei konstantem Druck

[illegible]

[illegible] = c_p/c_v

[illegible] m/sec²

[illegible] am Punkt "1" oder "2" usw.

[illegible]

[illegible] am Punkt "1" oder "2"

[illegible] an der Austrittsstelle (Schallgeschwindigkeit)

[illegible] Schaufelaustrittsstelle rückwärts gemessen

[illegible]

[illegible]

[illegible]

[illegible]

[illegible] Im Gas habe T_0 [illegible]

[illegible] Bedingungen [illegible]

[illegible] Temperatur in Wandnähe

[illegible]

[illegible] Wärmeleitfähigkeit unterstrichen [illegible]

[illegible]

[illegible] Richtung [illegible]

[illegible] wie folgt [illegible]

[illegible]

[illegible] und [illegible] [illegible]

[illegible] Bedingungen für die Grenzschichtgleichungen

[illegible]

[illegible]

[illegible] aus den das Gas mit Grenzschichtcharakter von T_0, p_0 [illegible] wird, [illegible] stabilisiert.

[illegible]

[illegible]

[illegible]

(۵)

(۵)

(۵)

TITLE PAGE

6. Ammoniak- und Methanol-Gleichgewicht.
Ammonia- and methanol equilibrium

Frame Nos. 528 - 536

56 535

TITLE PAGE

7. Berücksichtigung der Zustandsgleichung beim Methanolgleichgewicht.

Consideration of equation of state in the methanol equilibrium.

Frame Nos. 537 - 538

537

55

[illegible]

8. Verbindungen aus gecrackten Erdöl.
Compounds from cracked petroleum

Frame No. [illegible]

A

Ver[illegible]

In [illegible]
wurden folgende Ver[illegible]
1. Aromatische Koh[illegible]

	Verlust [illegible]
Benzol	
Toluol	
Xylole	
Phenylacetylen	
Styrol	
Mesitylen	
Inden/Cumaron	
C[illegible]	
Indan	

Tabelle [illegible]

[illegible] Verbindungen in den Intervallen [illegible]
Stelzschlentrogs.
Sogenannte [illegible]

Fraze [illegible]

[illegible]

[illegible]

I. Kohlenwasserstoffe

Das Leichtöl [illegible]

destilliert bis 2-3 % [illegible]

A. Phenole

[illegible]

[illegible]

[illegible]

[illegible]

Kohlenwasserstoffe

Von diesen sind [illegible]

Zählen auf Benzol, Toluol, [illegible]

[illegible]

[illegible]

[illegible]

o-Xylol [illegible]

p-Xylol [illegible]

an leichtersiedende Produkte [illegible]

temperaturtest [illegible]

1. Aromatische Kohlenwasserstoffe

Verbindung	[illegible]
Benzol	
Toluol	

Verbindung
Äthylbenzol
p-Xylol
m-Xylol
o-Xylol
Styrol
Isopropylbenzol
n-Propylbenzol
p-Äthyltoluol
m-Äthyltoluol
o-Äthyltoluol
Mesitylen
Pseudocumol

Verbindung	Formel	Kp.
Hemellitol		
Hydrinden		
Cymol		
Inden		
Durol		
Isodurol		
Methylinden		

2. Naphthene

Verbindung	Formel	Kp.
Cyklopentadien		
Cyklohexen		
Cyklohexen		
Cyklohexadien	C_6H_8	
Methylcyklohexen		
Dimethylcyklohexen	C_8H_{14}	

3. Olefine und Diolefine

Verbindung	Formel	Kp.
1,3-Butadien		
Crotonylen		
Amylen		
Hexylen		
Heptylen	C_7H_{14}	

4. Grüner tetrafunktion

Verbindung	
Aceton	
Pyridin	
Phenol	
n-Kresol	
Methylamin	
p-Kresol	
m-Kresol	

5. Stickstoffhaltige Verbindungen

Verbindung	
Anilin	
Pyridin	
2-Methylpyridin	
Pyrrol	
3-Methylpyridin	

Terpenoids

2,6-Dimethylpyridin

4-Methylpyridin

2,4-Dimethylpyridin

2,5 " "

2,3 "

3,4 "

2,4,6-Trimethylpyridin

2,4,5 " "

Anilin

Benzaldehyd

o-Toluidin

2,4

2,4,[illegible]

2,4,6

Anilin

Benzonitril

o-Toluidin

6. Schwefelhaltige Verbindungen

Verbindung	Formel
Methylmercaptan	[illegible]
Äthylmercaptan	[illegible]
Dimethylsulfid	[illegible]
Schwefelkohlenstoff	[illegible]
Thiophen	[illegible]
Diäthylsulfid	[illegible]
1-Methyl-thiophen	[illegible]
1,6-Dimethyl-thiophen	[illegible]

72 551

73 552

TITLE PAGE

10. Gleichgewichte der Kohlehydrierung.
Equilibrium of coal dehydrogenation.

Frame Nos. 562 - 569

Gleichgewichte der Kohlehydrierung.

Folgende Tabelle enthält Elementaranalysen von Rohstoffen und Produkten der Kohlehydrierung und mit geschätzten Molgewichten daraus abgeleitete Bruttoformeln.

	Steinkohle	Abschlamm-Öl	Organ. Festes aus Abschlamm	Mittel-Öl	Benzin	Vergasung ($C_{1,8}H_{5,6}$
C	81,97	91,95	88,1	87,13	84,62	79,4
H	5,31	6,13	3,1	9,43	13,73	20,6
O	9,90	0,91	6,7	2,45	1,20	—
N	1,75	0,93	1,0	0,92	0,41	—
S	1,07	0,08	1,1	0,07	0,04	—
Mol Gew. geschätzt	1 000	400	1000	180	10	27,2
Bruttoformel	$C_{68,3}$ $H_{53,1}$ $O_{6,2}$ $N_{1,2}$ $S_{0,3}$	$C_{30,7}$ $H_{24,5}$ $O_{0,2}$ $N_{0,3}$	$C_{73,5}$ $H_{31,0}$ $O_{4,2}$ $N_{0,7}$ $S_{0,3}$	$C_{13,1}$ $H_{17,0}$ $O_{0,3}$ $N_{0,1}$	$C_{7,1}$ $H_{13,7}$ — — —	$C_{1,8}$ $H_{5,6}$ — — —

Mit Hilfe dieser Bruttoformeln lassen sich u.a. folgende Reaktionsgleichungen ableiten. Die Wärmetönungen wurden aus dem Wasserstoffverbrauch gemäß analogen Reaktionen nach Bericht Y2 v. 4.2.41 abgeschätzt.

1) Kohle → 5% Organ. Festes + 65% Mittelöl + 10% Benzin + 20% Vergasung

$C_{68,3}H_{53,1}O_{6,2}N_{1,2}S_{0,3} + 36,6\,H_2 \rightarrow 0,046\,C_{73,5}H_{31}O_{4,2}N_{0,7}S_{0,3} + 3,4\,C_{13,1}H_{17}O_{0,3}N_{0,1} + 0,95\,C_{7,1}H_{13,1} + 7,6\,C_{1,8}H_{5,6} + 5,2\,H_2O + 0,2\,NH_3 + 0,3\,H_2S + 470$ WE

2) Kohle → Abschlammöl

$C_{68,3}H_{53,1}O_{6,2}N_{1,2}S_{0,3} + 7,6\,H_2 \quad 2,23\,C_{30,7}H_{24,5}O_{0,2}N_{0,3} + 5,8\,H_2O + 0,5\,NH_3 + 0,3\,H_2S + 107$ WE

3) Kohle → Organ. Festes aus Abschlamm

$C_{68,3}H_{53,1}O_{6,2}N_{1,2}S_{0,3} \rightarrow 0,95\,C_{73,5}H_{31}O_{4,2}N_{0,7}S_{0,3} + 9,0\,H_2 + 2,5\,H_2O + 0,5\,NH_3 - 115$ WE

20/186

4) Abschlammöl → Mittelöl

$C_{30,7}H_{24,5}O_{0,2}N_{0,3} + 0,5\,H_2O + 7,4\,H_2 \rightarrow 2,35\,C_{13,1}H_{17,0}O_{0,3}N_{0,1} + 0,1\,NH_3 + 95$ WE

5) Organ. Festes → Mittelöl

$C_{73,5}H_{31}O_{4,2}N_{0,7}S_{0,3} + 33,2\,H_2 \rightarrow 5,61\,C_{13,1}H_{17,0}O_{0,3}N_{0,3}N_{0,1} + 2,5\,H_2O + 0,1\,NH_3 + 0,3\,H_2S + 450$ WE

6) Mittelöl → Benzin

$C_{13,1}H_{17,0}O_{0,3}N_{0,1} + 4,6\,H_2 \rightarrow 1,64\,C_{7,1}H_{13,7} + 0,3\,H_2O + 0,1\,NH_3 + 60$ WE

7) Benzin → Vergasung

$C_{7,1}H_{13,7} + 4,2\,H_2 \rightarrow 3,95\,C_{1,8}H_{5,6} + 59$ WE

Eine Diskussion dieser Gleichungen kann auf Grund des Prinzips vom kleinsten Zwang erfolgen. Für eine einigermaßen exakte Berechnung des Gleichgewichtes fehlen die Unterlagen. Die Anwendung der Nernstschen Näherungsformel ist streng genommen wegen der großen Molzahländerung nicht zulässig. (Im Anhang werden die Gleichgewichte für die Gleichungen 1 und 7 berechnet, um zu zeigen, zu welchen Resultaten die Näherungsformel führt.)

Danach verlaufen die exothermen, unter hohem Wasserstoffverbrauch verlaufenden Reaktionen No. 1, 2, 4, 5, 6, 7 weitgehend von links nach rechts, d.h. die niedriger molekularen, wasserstoffreichen Spaltstücke werden im Gleichgewicht gebildet. Lediglich die Bildung von organisch Festem nach Gleichung 3 müßte eigentlich von rechts nach links verlaufen. Daß trotzdem „organisch Festes" entsteht, kann auf zwei Ursachen zurückzuführen sein. Entweder entsteht es aus besonders wasserstoffarmen Teilen der Ausgangskohle oder durch Dehydrierung bezw. Polymerisationen infolge ungenügenden Wasserstoffzutritts. Da, abgesehen von Reaktion 3, überall Wasserstoff in großer Menge reagiert, ist es evident, daß hoher Wasserstoffdruck für die Reaktion günstig sein muß.

gez. Donath

Anhang.

Im folgenden wird schematisch die Nernst'sche Näherungsformel auf die empirischen Reaktionsgleichungen 2 und 7 angewendet. Zu den normalen Ungenauigkeiten der Näherungsformel kommt hinzu, daß die sog. konventionellen chemischen Konstanten für Mittelöl, Benzin u. dgl. nicht bekannt sind 1) und daß die Zusammensetzungen nur abgeschätzt werden konnten. Außerdem besteht ein principielles Bedenken bei der Berechnung von Gleichgewichten von Gemischen. Es ist durchaus wahrscheinlich, daß z.B. die Bildung von Gasen oder leichten Bestandteilen aus anderen Teilen des Rohstoffes erfolgt als z.B. die Bildung von organisch festen Anteilen, so daß derartige Teilreaktionen mit anderem Wasserstoffverbrauch und Wärmetönung verlaufen. Da derartige Aufteilungen von Reaktion aber auch ohne Willkür nicht möglich sind, wurde zunächst zur Vereinfachung für die Rechnung angenommen, daß die in der ersten Tabelle angegebenen Stoffe einheitliche Körper sind. Es ergeben sich dann folgende Gleichgewichte für 450°C:

1) Kohle → 5% organ. Festes + 65 % M'Öl + 10 % Benzin + 20% Vergasung

Da Kohle und organisch festes Bodenkörper sind, lautet die Gleichung

$$\log Kp = \log \frac{p_{H_2}^{3,4} \; 0,95 \; 7,6 \; 5,2 \; 0,2 \; 0,3}{} = \frac{470\,000}{4,57 \times 723}$$

$$+ 18,95 \times 1,75 \log T \; 23 + 36,6 \times 1,6 - 3,4 \times 3,5 - 0,95 \times 3,5 - 7,6 \times 3,5 - 5,2 \times 3,6 - 0,2 \times 5,5 - 0,3 \times 3,0$$

$$\log Kp = + 142 + 95 - 3,6 = - 50,6$$

$$Kp = \frac{p_{H_2}^{36,6}}{p\,M'Öl^{3,4} \; p\,Bi^{0,95} \; p\,Gas^{7,6} \; p\,H_2O^{5,2} \; p\,NH_3^{0,2} \; p\,H_2S^{0,3}} \; 10^{-21}$$

Hieraus ergibt sich, daß für 5 ata Benzin + Mittelölpartialdruck ein H_2-Partialdruck von nur 0,1 ata erforderlich ist.

2) Benzin → Vergasung

$$\log Kp = \frac{p\,Benzin \times p\,H_2^{4,2}}{p\,Vergasung^{3,15}} = \frac{55\,000}{4,57 \cdot 723} + 1,45 \times 1,75 \log T$$

Bei $p\,H_2 = 200$ ata ist

$$\frac{p\,Benzin}{3,95} = \frac{10^{13,9}}{10^{4,2}} = \frac{10^{-13,9}}{10^{9,7}} = 10^{-23}$$

p Vergasung 200 10

d.h. im Gleichgewicht ist bei 200 ata H_2 Druck das Benzin vollständig zu Gas aufgespalten.

1) Sie wurden mit 3,5 eingesetzt.

TITLE PAGE

11. Die Zustandsgleichungen realer Gase und deren Anwendung zur Berechnung kalorischer Daten z.B. des Joule-Thomson-Effektes von Wasserstoff
Equation of state of real gases and their use for calculation of caloric data such as the Joule-Thomson-effects on hydrogen.

Frame Nos. 560 - 570

Die Zustandsgleichungen realer Gase und deren Anwendung zur Berechnung kalorischer Daten z.B. des Joule-Thomson-Effektes von Wasserstoff.

Die Frage, ob der Joule-Thomson-Effekt zur Verflüssigung von heißem Wasserstoff geeignet ist, gab den Anlaß, die exakt gewordenen Zustandsgleichungen realer Gase und deren Anwendung zur Berechnung kalorischer Daten zu diskutieren. Dies soll gleich eine Vorarbeit sein, um später die Abweichungen realer Gase vom Barometerwirkungsgesetz zu behandeln. Der Joule-Thomson-Effekt von Wasserstoff wurde berechnet.

I. Diskussion der Zustandsgleichungen realer Gase [1]

A. van der Waals'sche Gleichung

Prinzipiell wird das Zustandsverhalten realer Gase beschrieben durch die Gleichung

1) $(p + a/V^2)(V-b) = RT$ van der Waals

Diese Gleichung ist für die exaktere Beschreibung unzureichend. Ihre Bedeutung liegt darin, daß sie in einfacher Weise das prinzipielle Verhalten wiedergibt. Die Gleichung ist insbesondere dann unzureichend, wenn Ableitungen der Zustandsgrößen benötigt werden, wie bei kalorischen Rechnungen meist der Fall ist.

B. Gleichung von Berthelot

Die Berthelot'sche Gleichung, die eine wichtige Verbesserung darstellt, ist aus der van der Waals'schen Gleichung abzuleiten, indem man die Konstante a durch den Ausdruck a'/T ersetzt. Sie lautet daher

2) $p + a'/(TV^2)\,(V-b) = RT$

Berthelot beschränkt zwecks besserer Anpassung die Gültigkeit auf mäßige Drucke und Dichten und drückt die Konstanten a', b und R in folgender Weise durch die krit. Daten aus

3) $a' = 16/3 \cdot T_{krit}\, p_{krit}\, V^2_{krit}$

$b = 1/4 \cdot V_{krit}$

$R = 32/9 \cdot p_{krit}\, V_{krit} / T_{krit}$

1) nach H. Justi: Spezifische Wärme, Enthalpie, Entropie, Dissociation technischer Gase. Berlin 1938

Durch Einführung des reduzierten Druckes, des reduzierten Volumens und der reduzierten Temperatur erhält man die Form

4) $\left(\ + \frac{16}{3}\ \frac{1}{\ }\ \right)\left(\ - \frac{1}{4}\ \right) = \frac{32}{9}$ Gleichung nach Berthelot

Es ist ohne weiteres ersichtlich, daß die Gleichung am krit. Punkt nicht mehr gilt, denn für = 1, = 1, = 1 ergäbe die linke Seite 4,747, die rechte aber 3,555.

Im Übrigen ist diese Gleichung zur Berechnung kalorischer Daten, wie z.B. die Druckabhängigkeit von C_v und C_p, bestens geeignet.

C. Gleichung nach Wohl.

Auch für höhere Drücke gilt die Gleichung nach Wohl, die aus der Berthelot'schen abzuleiten ist. Dazu schreibt man die Berthelot-Gleichung in der Form

5) $p = RT / (V-b) - a'/(TV^2)$ Berthelot-Gleichung

und ersetzt den Ausdruck $a'/(TV^2)$ durch $a/[TV(V-b)]$ und fügt außerdem das Glied $c/(T^{4/3}V^3)$ hinzu, also

6) $p = RT/(V-b) - a/[TV(V-b)] + c/(T^{4/3}V^3)$ Gleichung nach Wohl

Die Konstanten a, b, c und R werden durch die krit. Daten ausgedrückt und zwar

7) $a = 4\ V^2_{krit}\, p_{krit} \cdot T_{krit}$

$b = 1/4 \cdot V_{krit}$

$c = 4\ V^3_{krit} \cdot p_{krit} \cdot T^{4/3}_{krit}$

$R = 15/4 \cdot p_{krit}\, V_{krit} / T_{krit}$

Die Gleichung nach Wohl enthält ebenso wie die beiden vorher genannten Gleichungen das Prinzip der übereinstimmenden Zustände und kann daher nicht für alle Gase gelten. Sie ist auf den häufigsten Wert des krit. Koeffizienten $\frac{p_{krit}\ V_{krit}}{R\ T_{krit}} = \frac{4}{15}$ abgestimmt und gilt für die diese Bedingung erfüllenden sog. Normalstoffe wie Kohlensäure, Chlorwasserstoff, Methylchlorid, Äthylläther, Äthan, Pentan usw., wo sie ausgezeichnete Übereinstimmung mit den Meßwerten zeigt. Sie gilt ausdrücklich nicht für Wasserstoff, Helium, Methan und andere „permanente" Gase.

gilt für die diese Bedingung erfüllenden sog. Normalstoffe wie Kohlensäure, Chlorwasserstoff, Methylchlorid, Äthyläther, Äthan, Pentan usw., wo sie ausgezeichnete Übereinstimmung mit den Meßwerten zeigt. Sie gilt ausdrücklich nicht für Wasserstoff, Helium, Methan und andere „permanente" Gase.

D. Gleichung nach Beattie und Bridgeman.

Da Wasserstoff sich dem Prinzip der übereinstimmenden Zustände nicht fügt, kann sein Verhalten nur durch eine Gleichung beschrieben werden, die mehr als drei Konstante enthält. Die Beattie-Bridgeman-Gleichung erreicht sehr gute Übereinstimmung ohne übermäßige Vermehrung der Konstanten. Da sie aus der von der Waals'schen Gleichung herzuleiten, schreibt man letztere in der Form

8) $pV = RT \frac{V}{(V-b)} - \frac{a}{V}$ van der Waals

um (formt den Faktor $V/(V-b)$ in folgender Reihe unter Verlassung höherer Glieder um

$$\frac{V}{(V-b)} = \frac{1}{1-b/V} = 1 + b/V + \ldots \frac{(V+b)}{V}$$

Ferner setzt man statt der Konstanten a und b die etwas veränderlichen Werte A und B und führt einen Korrekturfaktor $(1-\varepsilon)$ ein, wobei die Gleichung lautet

9) $pV = RT \frac{(V+B)}{V}(1-\varepsilon) - \frac{A}{V}$ Beattie-Bridgeman Gl.

wobei die langsame Veränderung von A und B gegeben ist durch

10) $A = A_0 \left(1 - \frac{a}{V}\right)$

$B = B_0 \left(1 - \frac{b}{V}\right)$

und die kleine Korrekturgröße ε durch

11) $\varepsilon = \frac{c}{VT^3}$

Die Gleichung enthält daher die fünf Konstanten A_0, a, B_0, b und c. Diese sind für eine Reihe von Stoffen, insbesondere für die permanenten Gase bekannt. Für diese Stoffe ist die Beattie-Bridgeman-Gleichung die genaueste und bequemste Zustandsgleichung. Hinsichtlich der permanenten Gase ergänzt sie die Waals'sche Gleichung in glücklicher Weise.

Auch für Gasgemische kommt die Beattie-Bridgeman-Gleichung in Frage. von Beattie und Ikehara wurde die beste Anpassung der den Konstanten der Komponenten die Konstanten des Gemisches zu ermitteln, ausprobiert [1].

1) Justi, Seite 44.

Als Beispiel für die Bildung von Differentialquotienten soll der für die Berechnung des Joule-Thomson-Effekts benötigte Ausdehnungskoeffizient α abgeleitet werden. Definitionsgemäß ist

$$\alpha = \frac{1}{V}\left(\frac{\partial V}{\partial T}\right)_p$$

Für die Anwendung auf Wasserstoff bei Temperaturen von 40 °C und darüber vereinfacht sich die Beattie-Bridgeman-Gleichung, da ε sehr klein wird. Es ist nämlich $c = 504$ und bei Drucken bis maximal 100 atm V minimal gleich 0,1, sodaß ε 10^{-5} wird. Die durch Weglassen des Faktors $(1-\varepsilon)$ vereinfachte Beattie-Bridgeman-Gleichung schreibt man zur Bildung des Differentialquotienten $\partial V/\partial T$ zweckmäßig in der Form

12) $pV^2 - RT\left[V + B_0(1-b/V)\right] + A_0(1-a/V) = 0$

Die Regel zur Differentiation einer impliziten Funktion

$F(X, Y) = 0$ besagt

$$\frac{\partial Y}{\partial X} = \frac{\partial F/\partial X}{\partial F/\partial Y}$$

Unter Anwendung dieser Regel ergibt sich für

14) $\alpha = \frac{1}{V}\left(\frac{\partial V}{\partial T} = \frac{R(V^2 + B_0 V - B_0 b)}{2pV^2 - RT(V^2 + B_0 b) + A_0 a}\right.$

Der Differentialquotient läßt sich auch ohne Vernachlässigung des Faktors $(1-\varepsilon)$ bilden, nur wird der Ausdruck etwas komplizierter.

I. Anwendungsbereiche der verschiedenen Zustandsgleichungen.

Die van der Waals'sche Gleichung beschreibt das grundsätzliche Verhalten realer Gase in der einfachsten Weise.

Die Berthelot-Gleichung ist auch quantitativ anwendbar, wenn man sich auf mäßige Drucke (Dionten) und auf „Normalstoffe" beschränkt.

Die Gleichung nach Kohl ist für weite Temperatur- und Druckbereiche gültig, aber auf „Normalstoffe" beschränkt, sie gilt nicht für die permanenten Gase, insbesondere Wasserstoff, Helium, Methan.

Die Gleichung nach Beattie und Bridgeman erreicht mit fünf Konstanten eine sehr gute Anpassung und erfaßt auch die permanenten Gase einschließlich Wasserstoff. Sie ist für diejenigen Stoffe, deren Konstanten bekannt sind, die genaueste und bequemste Gleichung. Auch kann sie auf Gasgemische angewandt werden.

Der Differentialquotient läßt sich auch ohne Vernachlässigung des Faktors $(1-\varepsilon)$ bilden, nur wird der Ausdruck etwas komplizierter.

3. Anwendungsbereiche der verschiedenen Zustandsgleichungen

Die van der Waals'sche Gleichung beschreibt das grundsätzliche Verhalten realer Gase in der einfachsten Weise.

Die Berthelot-Gleichung ist auch quantitativ anwendbar, wenn man sich auf mäßige Drucke (Dichten) und auf „Normalstoffe" beschränkt.

Die Gleichung nach Kohl ist für weite Temperatur- und Druckbereiche gültig, aber auf „Normalstoffe" beschränkt, sie gilt nicht für die permanenten Gase, insbesondere Wasserstoff, Helium, Methan.

Die Gleichung nach Beattie und Bridgeman erreicht mit fünf Konstanten eine sehr gute Anpassung und erfaßt auch die permanenten Gase einschließlich Wasserstoff. Sie ist für diejenigen Stoffe der n Konstanten bekannt sind, die genauesten und bequemsten Gleichungen. Auch kann sie auf Gasgemische angewandt werden.

II. Thermodynamische Berechnung des Joule-Thomson-Effekts

Entspannt man ein reales Gas durch Drosselung, also ohne Arbeitsleistung und adiabatisch, so ändert sich die Temperatur. Der Effekt wird angegeben durch den Joule-Thomson-Koeffizienten μ, der definiert ist als

$$\mu = \left(\frac{\partial T}{\partial p}\right)_H \quad 1)$$

Für die thermodynamische Behandlung, wie auch für die experimentelle Messung ist die isotherme geführte Drosselung wichtig; in diesem Falle muß man die Wärmemenge Q abführen. Der isotherme Drosseleffekt wird daher angegeben durch den Koeffizienten β, der definiert ist als

$$\beta = \left(\frac{\partial H}{\partial p}\right)_T$$

Das Verhältnis der genannten beiden Koeffizienten ist gleich der spezifischen Wärme C_p

$$15) \qquad \frac{\beta}{\mu} = -C_p$$

Aus dem zweiten Hauptsatz ergibt sich für β die thermodynamische Beziehung

$$16) \qquad \beta = V - T\left(\frac{\partial V}{\partial T}\right)_p$$

welche zeigt, daß β direkt durch die Ausdehnungskurve $V(T)$ gegeben ist, weshalb man auch mit Hilfe des Ausdehnungskoeffizienten α schreiben kann:

$$17) \qquad \beta = V(1 - \alpha T).$$

Da β die Dimension eines Volumens hat, erhält man für eine Druckdifferenz Δp die Energie $\beta \cdot \Delta p$ in entsprechenden Einheiten, beispielsweise in Literatmosphären.

In der Beziehung 16) stellt das erste Glied V die potentielle Energie dar, die beim Entspannen umgesetzt wird, während das zweite Glied die Änderung der inneren Energie angibt. Im idealen Gas, wo $\alpha = 1/T$ ist, wird $\beta = 0$.

---

1) Der Effekt wird gewöhnlich als positiv gerechnet, wenn sich sich bei der Entspannung abkühlt.

An der Ausdehnungskurve (Fig. 1) kann mit folgender Hilfskonstruktion der Wert β bei der Temperatur T direkt dargestellt werden:

Man legt eine Tangente an die Ausdehnungskurve in P und bringt sie mit der Ordinate zum Schnitt. Der Abschnitt auf der Ordinate ist β.

Fig. 1 gibt zugleich den allgemeinen Verlauf der Ausdehnungskurve des realen Gases im Vergleich zum idealen Gas wieder. Während das ideale Gas durch eine durch den Nullpunkt gehende Gerade dargestellt wird (deren Neigung nach $\frac{V}{T} = \frac{R}{p}$ vom Druck abhängig ist) liegt die Kurve des realen Gases bei tiefen Temperaturen unterhalb, bei höheren Temperaturen oberhalb der Idealgasgeraden. Die Isobarenkurve bleibt bei weiter steigender Temperatur schließlich um einen konstanten Betrag oberhalb der Idealgasgeraden, wie aus den Gleichungen nach van der Waals und nach Berthelot sofort ersichtlich wird, wenn man sie den Formen 18 bezw. 19 anschreibt:

18) $V = b + \frac{R\,T}{p + a/V^2}$ (van der Waals)

19) $V = b + \frac{R\,T}{p + a'/(TV^2)}$ (Berthelot)

Bei großem T und V liegt V um das „Kovolumen" b über dem Volumen im idealen Zustand. Zu demselben Ergebnis führen auch die Gleichungen von Kohl und von Beattie-Bridgeman.

Für den Koeffizienten μ folgt, daß er bei niederer Temperatur beträchtlich negative Werte haben kann (Gebiet der Anwendung in der Kältetechnik), aber bei steigender Temperatur Null wird und dann (Fig. 2) einen verhältnismäßig kleinen positiven, überhaupt druckunabhängigen Grenzwert (gleich b) annimmt. Das entsprechende gilt für den Joule-Thomsonkoeffizienten μ_c, der nach ... durch Division durch C_p zu erhalten ist.

Berechnung des Joule-Thomsoneffektes von Wasserstoff

A Nach van der Waals

Berechnet wird der Grenzwert für hohe Temperaturen.

$\beta = b = 0{,}00977$ [ccm/Mol] 1) $= 0{,}02$ [lit/Mol]

Mit der spez. Wärme $C_p = 7{,}1$ [cal/Mol] und den Umrechnungsfaktor 24,2 von Literatmosphären auf Kalorien ergibt sich

$\mu_c = \frac{24{,}2}{7{,}1} \cdot 3{,}4 \cdot \beta = 0{,}07$ [Grad/atm]

B. Nach Berthelot.

Aus der Berthelot-Gleichung hat Justi [2] einen Ausdruck für den Ausdehnungskoeffizienten β abgeleitet, mit dessen Hilfe durch das krit. Volum V_{krit} und die reduzierte Temperatur dargestellt werden kann als 3)

20) $\beta = (V_{krit}/4)\,(1-18/\tau^2)$

Aus $\rho_{krit} = 0{,}031$ g/cm³ [1] und $T_{krit} = 33{,}2°$ K [1]

ergibt sich $V_{krit} = 0{,}032$ [lit/g] $= 0{,}064$ [lit/Mol]

und für 40 °C $\tau = 20{,}25$

Demnach ist

$\beta = 0{,}064 \cdot 0{,}964 = 0{,}019$ [lit/Mol] und

$-\mu = \underline{\underline{0{,}05}}$ [Grad/Atm].

C. Berechnung nach der p-v-Tabelle.

Ohne jede Zustandsgleichung kann β errechnet werden, wenn man tabellierte p-v-Werte hat und in Gleichung 16) den Differentialquotienten $\partial V/\partial T$ durch den Differenzenquotienten $(V_1-V_2)/(T_1-T_2)$ ersetzt. Der dabei begangene Fehler ist nach der graphischen Darstellung Fig. 1 abzuschätzen, da man die Tangente $\partial V/\partial T$ durch eine Sehne ersetzt. Der so gefundene Wert β ist gleich dem wahren Wert β bei einer zwischen T_1 und T_2 liegenden Temperatur, und der Fehler ist sehr klein, wenn das fragliche Kurvenstück nur wenig gekrümmt ist. Fig. 3 zeigt die nach der p-V-Tabelle [4] gezeichnete Ausdehnungskurve für Wasserstoff bei 4 atm. Benutzt wurden die Daten für

$T_1 = 400°C$ (= 673° K) und $T_2 = 300°C$ nämlich

$p\,V_1 = 2{,}765$ [lit atm/g lit], $V_1 = \frac{22{,}43}{400}\,2{,}765 = 0{,}1553$ [lit/Mol]

$p\,V_2 = 2{,}398$ [lit Atm/g lit], $V_2 = \frac{22{,}43}{4}\,2{,}398 = 0{,}1348$ lit/Mol

so ergibt sich

$\beta = V_2 \cdot \frac{V_1 - V_2}{T_1 - T_2} = 0{,}017$ [lit/Mol] und

$-\mu = \underline{\underline{0{,}05}}$ [Grad/Atm].

[1] Taschenbuch für Chemiker und Physiker, Seite 836 bzw. 837.
[2] Justi, Seite 18.
[3] Vgl. Bericht v. Kling, Techn. Prüfstand Op Nr 561 v. 5.I.44
[4] Taschenbuch für Chemiker und Physiker Seite 829.

D. Berechnung nach der Beattie-Bridgeman-Gleichung.

Die früher aus der Beattie-Bridgeman-Gleichung abgeleitete Gleichung 14) ergibt den Ausdehnungskoeffizienten β, welcher nach Gl. 17 β zu erhalten ist. Aus Gl. 14) folgt

21) $$\alpha \cdot T = \frac{RT(V^2 + B_0 V - B_0 b)}{2\,pV^3 - RT\,(V^2 + B_0 b) + A_0\,a}$$

Es wird also für gegebenes p und T zunächst das Volumen benötigt. Die B.-Br. Gleichung [1] ergibt für p = 40 at und T = 673°K

$V = 0{,}158$ [lit/Mol].

Dann ist $\alpha \cdot T = 0{,}800$ und

$\beta = V\,(1 - \alpha \cdot T) = 0{,}039$ [lit/Mol] und

$-\mu = \underline{\underline{0{,}065}}$ [Grad/Atm].

Um die von den beiden vorhergehenden Zustandsgleichungen geforderte Unabhängigkeit des Druck zu prüfen, wurde nun p = 800 at und T = 673°K gesetzt. Dabei ergibt sich

$V = 0{,}090$ [lit/Mol] und

$\alpha \cdot T = 0{,}781$

$\beta = 0{,}0197$ [lit/Mol] und

$-\mu = \underline{\underline{0{,}067}}$ [Grad/Atm].

E. Vergleich der Werte.

Zustandsgleichung	Druck	$-\mu$ in Grad/Atm
van der Waals	beliebig	0,075 (Grenzwert)
Berthelot	beliebig	0,05
p-v-Tabelle	400 at	0,06
Beattie-Bridgeman	40 at	0,065
	800 at	0,067

1) Die Konstanten finden sich in Justi und im „Taschenbuch" Seite 837. Im „Taschenbuch" ist die B.-Br. Gleichung falsch zitiert, da die eckige Klammer fälschlicherweise erst hinter $\frac{A_0}{V^2}\left(1 - \frac{a}{V}\right)$ schließt, während sie nur den Ausdruck $\left[V + B_0\left(1 - \frac{b}{V}\right)\right]$ umfassen darf.

[illegible]	[illegible] at	[illegible]
	800 at	5,067

) Die Konstanten finden sich in Justi und im „Taschenbuch" Seite 837. Im „Taschenbuch" ist die Cor.-Gleichung falsch zitiert, da die eckige Klammer fälschlicherweise erst hinter $\frac{A_0}{T^2}\left(1-\frac{a}{T}\right)$ schließt, während sie nur den Ausdruck $\left[V + B_0\left(1-\frac{b}{V}\right)\right]$ umfassen darf

Als zuverlässigster Wert ist [illegible] Wasserstoff von 400° [illegible] mit 700 ata) an 20° eingesetzt.

Abschätzung [illegible]

Die thermodynamische [illegible] Zustand, da beschränkt [illegible] für ein Gl von [illegible]

$= 1.4\ (1-0.1$ [illegible]

und bei einer [illegible]

$= -0.024$ [illegible]

[illegible] Verwendung [illegible] als beim [illegible] wegen der [illegible] Volumens.

Zusammenfassung

[illegible] Anwendungsbereich [illegible] nach van Berthelot, [illegible] diskutiert. Als Beispiel [illegible] des Joule-Thomson [illegible] 400° [illegible] wird [illegible] also Umrechnung an 20° [illegible]

Anlagen Fig 1 [illegible]

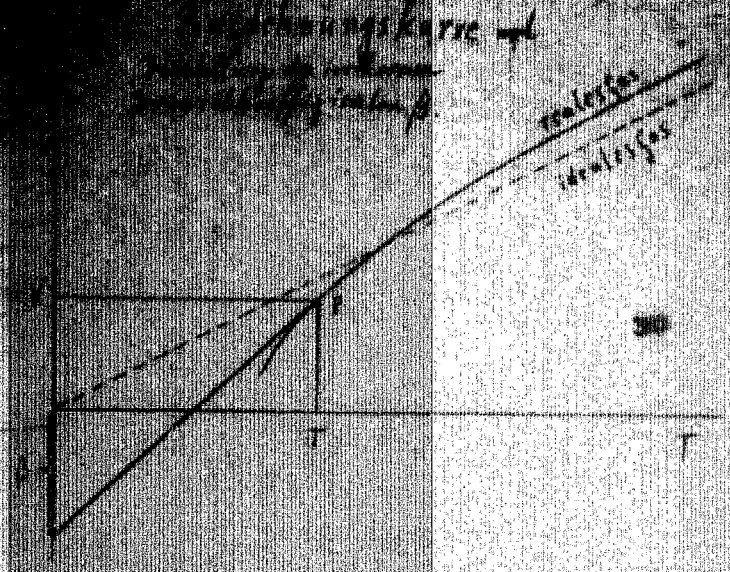
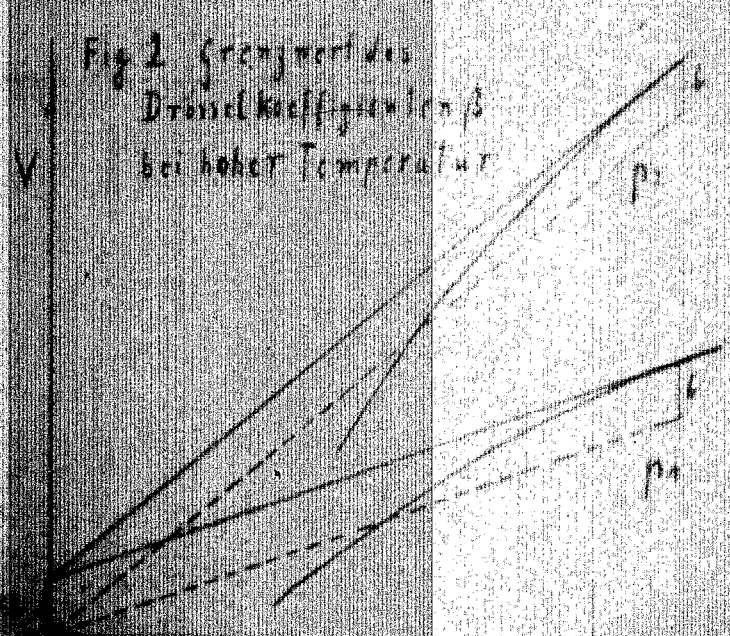
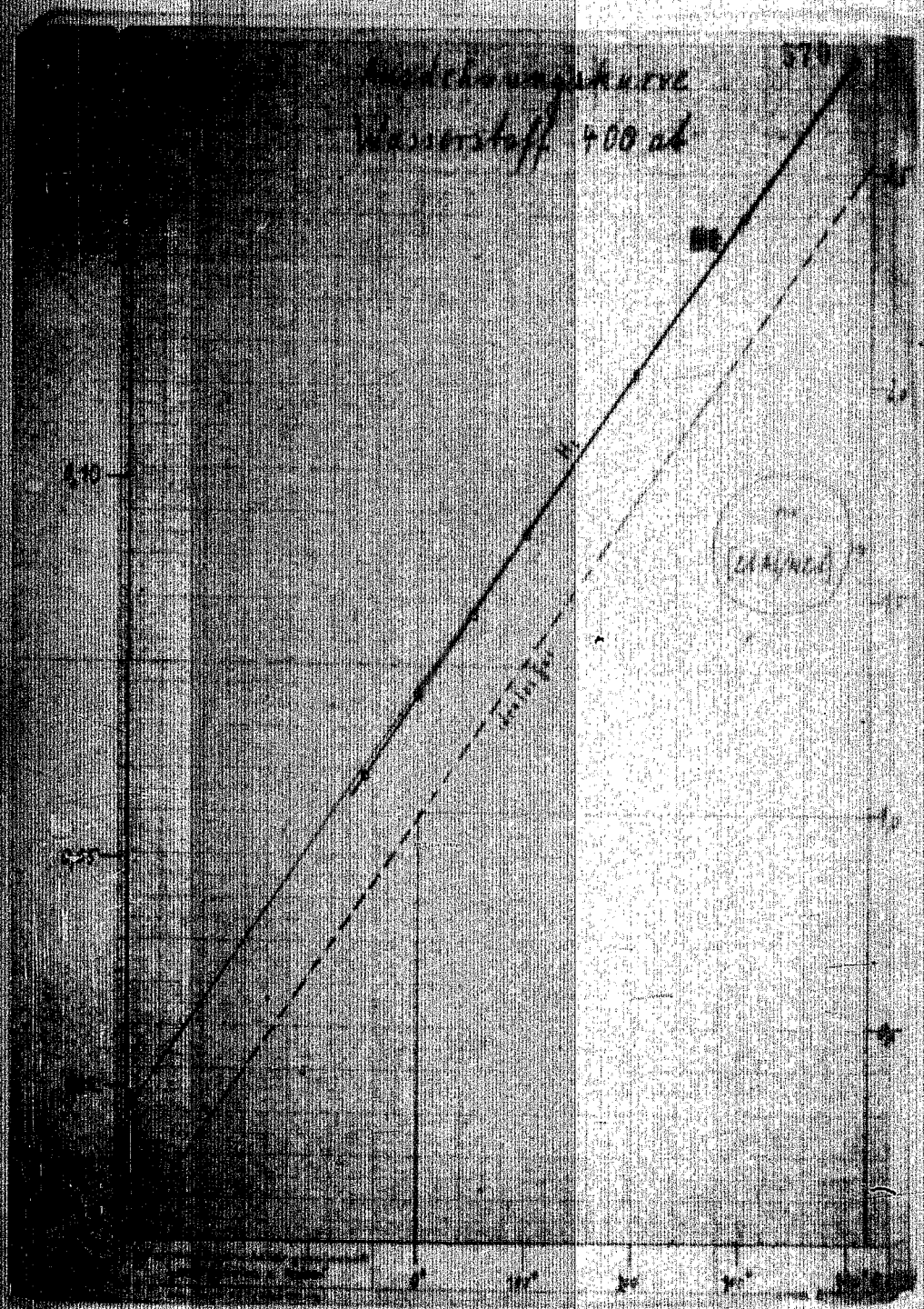


Fig 2 Grenzwert des Drosselkoeffizienten β bei hoher Temperatur




Wasserstoff 400 at
570
540
510
480
450
420
390
360
330
300
270
240
210
180
150
120
90
60
30
0
30
60
90
120
150
180
210
240
270
300
330
360
390
420
450
480
510
540
570

TITLE PAGE

12. Dehydratisierende Polymerisation von Alkoholen bezw. Alkohol und Olefin.
Dehydrating polymerisation of alcohols or alcohol and Olefin.

Frame Nos. 671 - 675

571 gg

Hochdruckversuche
Ia 558

Dehydratisierende Polymerisation von Alkoholen bezw. Alkohol und Olefin.

Die Dimerisation von Isobutylen mit Schwefelsäure zum Diisobutylen besteht bekanntlich in der intermediären Bildung der Sulfonate, deren thermische Zersetzung durch [illegible] gleichen Sulfonate entstehen auch bei der Einwirkung von Schwefelsäure auf die entsprechenden Alkohole. Die Bildungsweise der Sulfonate primärer Alkohole ist bekanntlich wesentlich anders als diejenige sekundärer und tertiärer, ebenso wie die Dehydratisierung der tertiären und sekundären Alkohole mit [illegible] Mitteln wesentlich leichter verläuft als die der primären Alkohole. Es war nun Gegenstand dieser Arbeit, die Bedingungen der Dimerisierung mittels Schwefelsäure sowohl ausgehend von den Olefinen als auch von den Alkoholen bezw. Gemischen beider zu studieren und die Möglichkeit der Herstellung neuer verzweigter klopffester Kohlenwasserstoffe [illegible] zu untersuchen. Da die Dimerisation der Alkohole und Alkohol-Olefin-Gemische naturgemäß einen größeren Schwefelsäure-Verbrauch erfordert (die Alkohol-Olefin-Dimerisation erfordert [illegible] Schwefelsäure-Verbrauch gegenüber der Dimerisation von Alkoholen), wurde auch die Möglichkeit der gleichzeitigen Wasserabspaltung und Polymerisation an Phosphorsäure-Kontakten in der Unternehmung eingezogen. Schließlich wurden noch andere Säuren wie Phosphorsäure und Phosphorsäure-Schwefelsäure-Gemische auf ihre Brauchbarkeit für die dehydratisierende Polymerisation geprüft.

Apparatur: Als die für die obige Reaktion in Frage kommende Konzentration der Schwefelsäure hat sich eine 75-65%ige als allgemein am zweckmäßigsten, als Temperaturoptimum der thermischen Sulfonat-Zersetzung der Bereich von 65 - 75°C erwiesen. Die Apparatur setzte sich aus folgenden Teilen zusammen: Die Mischung von 75%iger Schwefelsäure und einer berechneten Menge des einen Alkohols wurde langsam in ein mit Überlauf und Rührer versehenes [illegible] wasserbeheiztes Reaktionsgefäß einlaufen gelassen, während aus einem anderen Vorratsgefäß, die äquimolekulare Menge des anderen Alkohols in entsprechendem Verhältnis eingetropft wird. Das

7930

Konzentration der Schwefelsäure hat sich eine 75-Gew.-%ige als am zweckmäßigsten, als Temperaturoptimum der Sulfonat-Alkohol-Zersetzung der Bereich von 65° - 75° C erwiesen. Die Apparatur setzte sich aus folgenden Teilen zusammen: Ein Gemisch von 50 Gew.-% Schwefelsäure und einer berechneten Menge des einen Alkohols wird langsam in ein mit Überlauf und Rührer versehenes mit Kühlwasser behaltes Reaktionsgefäß einlaufen gelassen, während aus einem anderen Vorratsgefäß, die Äquimolekülare Menge des anderen Alkohols in entsprechendem Verhältnis eingetropft wird. Das

entstandene Olefin, welches sich als wasserklare Schicht an der Oberfläche des Säure-Alkohol-Gemisches im Reaktionsgefäß abscheidet, wird zur Verme[illegible]lung von Nebenreaktionen (Polymerisation) durch einen Überlauf abgezogen und einem auf 90° gehaltenen, mit verdünnter Sodalösung beschickten Kessel mit Rührer zugeführt und destilliert, während die Schwefelsäure zum Teil in das Reaktionsgefäß zurückgeführt, zum Teil in ein gleichfalls mit Rührer und Überlauf versehenes und mit Dampf auf 90-100° gehaltenes Gefäß zur Abtrennung der von der Säure feuchtgehaltenen Reste Olefin geleitet wird.

Bei den Arbeiten mit Alkohol-Olefin-Gemischen wurde anstelle des beschriebenen Reaktionsgefäßes ein zylindrisches Druckgefäß verwendet, welches am Gefäßboden eine Filterplatte zum Sichelten des Olefins enthält und durch ein Wasserbad gehalten wird.

1. Dehydratisierende Dimerisierung von Alkoholen [illegible]

Ergebnisse: Da die Schwefelsäureverbindung des tertiären Butanols nicht beständig ist, dieses Gemisch im Gegenwert von Schwefelsäure schon bei 0° Wasser abspaltet und sich im Dimethylsulfat umsetzt, wurde dieser in die Lösung der Sulfonate von primärem bezw. sekundärem Butanol bezw. Isopropylalkohol in Überschuß (NT und MT) und [illegible] erwärmte Schwefelsäure eingetropft, damit das aus dem tertiären Butanol freiwerdende Butylen sich in statu nascendi mit der [illegible] thermische Zersetzung des Sulfonates entsprechenden [illegible] Dimeren umsetzt. Die besten Ausbeuten an Olefin (Dimeren) wurden bei der Einwirkung von tertiärem Butylalkohol auf das Sulfonat des sekundären Butanols erhalten. Das anfallende Olefin-Gemisch enthielt ca. 50 % des 2,5-Trimethylpenten-3 Sdp. 112° d_{15} = [illegible]. Etwas geringer war die Olefin-Ausbeute bei der Umsetzung von tertiärem Butylalkohol mit dem Sulfonat des Isopropylalkohols. Als Hauptanteil des Olefin-Gemisches wurde das 2,5-Dimethylpenten-3 von Sdp. 96, d_{15} = 0,680 ermittelt. Nach der Hydrierung in Gegenwart von Ni-Kiesel bei 13 MV die gleiche O.Z. (89 Motor) ermittelt wurde wie das Alkylierungsprodukt von Isobuten und Propylen in Gegenwart von Schwefelsäure. Bei der Verwendung eines primären Alkohols als der einen Komponente geht die Ausbeute an Olefin erheblich herunter. So wurde bei der Einwirkung von tertiärem Butylalkohol auf die Schwefelsäureverbindung des Isobutylalkohols nur 4 % Olefin gewonnen, das als Alken im wesentlichen das 2,4,4-Trimethylpenten-2 von Sdp. [illegible] d_{15} = 0,721 aufwies. Fast quantitativ verläuft die dehydratisierende

von tertiärem Butylalkohol in Schwefelsäure wurde bei Raumtemperatur. Reaktionsprodukt ist fast ausschließlich das 2,4,4-Trimethylpenten-2. Schließlich wurde noch aus einem in Oppau hergestellten technischen Ketongemisch durch Hydrieren an einem Cu-Cr-Kontakt ein vorwiegend sec. Alkohole enthaltendes Produkt (Hydroxylzahl 200, Carbonylzahl 85) hergestellt und dieser als Alkohol-Komponente in Gegenwart von Schwefelsäure mit tertiärem Butylalkohol zur Reaktion gebracht. Aus dem resultierenden Olefin-Gemisch wurden wieder durch Reduktion an Kt. 6718 die gesättigten Kohlenwasserstoffe gewonnen. Jedoch waren bislang weder die Ausbeuten an die [illegible] gebildeten Olefinen noch die Oktan-Zahlen des Paraffin-Gemisches befriedigend.

2. Dehydratisierende Polymerisation von Alkohol-Olefin in Gegenwart von Schwefelsäure.

Die Arbeitsweise, die hierbei verfolgt wurde, unterscheidet sich von der beschriebenen. Das Olefin wird aus der Stahlflasche durch eine Siedeplatte in das oben erwähnte Rührgefäß so eingeleitet, daß pro Volumen eingeleiteten Olefins die ein Volumen Alkohol enthaltende Menge Alkohol-Schwefelsäure eingetropft wird. Das überlaufende Alkohol-Schwefelsäure und Dimeres Olefin enthaltende Gemisch wird dann im nachgeschalteten Rührgefäß wieder zur Austreibung restlicher Anteile an Dimeren auf 70° erhitzt und das an der Oberfläche abgeschiedene Olefin tritt dann in das Waschgefäß über, während die ausgebrauchte Schwefelsäure wieder ins Reaktionsgefäß zurückgeführt wird. Das eingegaste Olefin wurde meist quantitativ umgesetzt. Der Anteil an dimerem Olefin war im allgemeinen besser als bei der Verwendung von Alkoholen. Die zur Aufkonzentrierung der verbrauchten Schwefelsäure erforderliche Menge Oleum war hierbei nur etwa so groß wie bei der erstgenannten Arbeitsweise.

Die Verwendung höher konzentrierter Schwefelsäure als 75%ig hat sich nur bei der Dimerisation von Isoamylen mit Isopropyl- und Isobutylsulfonat als vorteilhaft erwiesen. Nur bei Benutzung einer 92%igen Säure konnte Isoamylen mit den ges. Alkoholen in bemerkenswertem Umfang in C_8 bezw. C_9-Olefine dimerisiert werden. Die Dimerisierung von Propylen für sich oder gemischt mit Isopropylsulfonat bezw. tertiärem Butanol wurde bei den verschiedensten Säure-Konzentrationen und Reaktionstemperaturen bislang ohne Erfolg versucht. Während 80%ige und niedriger konzentrierte Schwefelsäure Propylen

nicht verändert, verwandelt höherprozentige Säure das Propylen in ein stabiles Sulfonat, welches auch bei erhöhter Temperatur keine Neigung zur Dimerisation zeigt.

Versuche, Alkohole für sich oder zusammen mit Olefinen durch Überleiten über Phosphorsäure, die in verschiedenen Konzentrationen auf Kieselgel oder A-Kohle bezw. Bimsstein aufgetragen wurde, zu dehydratisieren und am gleichen Kontakt zu polymerisieren, führte durchweg nur zur Dehydratisierung der Alkohole, während die Olefine nicht verändert wurden, offenbar aus dem Grunde, weil die an Oberflächen katalysierte Polymerisation [illegible] auf [illegible] Druck die Wasserabspaltung jedoch nur bei Atmosphärendruck möglich ist.

Es ist bekannt, daß flüssige Phosphorsäure im günstigsten Verhältnis bezogen auf Alken die Polymerisation von Olefinen bei erhöhten Temperaturen und Drucken katalysiert. Die verschiedenen Versuche gezeigt haben, gilt diese Bedingung auch für die Verwendung von Alkoholen an Stelle der Olefine. Die Ausbeute an Polymeren aus Dodecylen als Polymerisationsprodukt der Einwirkung von 100%iger Phosphorsäure auf Isopropylalkohol betrug [illegible] und [illegible] bezw. [illegible] (Propylen und Isopropylalkohol) waren jedoch unbefriedigend. Mischungen von Schwefelsäure und Phosphorsäure katalysierten die Polymerisation von Alkoholen bezw. Alkohol-Olefin-Gemischen und entsprechend ihrem Gehalt an Schwefelsäure [illegible] wirkungslos, solange dieser unterhalb 75 % liegt.

13. Äthylenoxyd.
Ethylene oxide.

TITLE PAGE

Trans Nos. 576 - 579

Dehydratisierende Polymerisation von Alkoholen und darauffolgende Hydrierung zu Kohlenwasserstoffen mit Kt. 6718 in der B-Bombe.

Versuchs-Nr.	Angewandte Schwefelsäure 75%ig	Reaktionstemp.	Angewandte Alkohol-Menge I	Angewandte Alkohol-Menge II	Ausbeute an Olefin	Siedeverhalten der Olefin-Gemische	Siedeverhalten d. Paraffingem.	Zerlegung d. Olefine	Zerlegung der Purefine	Oktan-Zahl + Pb
1011	266 g	65°C	Isopropanol 600 g	tert. Butanol 740 g	70% 880 g Rohöl	d_{15} = 0,772 100-110° Vol.% -110 = 13% -140 = 23% -160 = 36% -180 = 56% -200 = 87% R. = 98% T. = 2,0%	d_{15} = 0,772 29-40 = 5,5% -60 = 6,5% -80 = 18,0% -100 = 38,0% -120 = 44,5% -140 = 62 % -180 = 79,5% -200 = 86,0%	- 200°C 8% 200°C 11%	- 200° 85%	89 104
1011a	266 g	65-70	Butanol 740 g	tert. Butanol 740 g	75% 880 g	d_{15} = 0,780 85-100° Vol.% -120° = 45 % -140° = 67 % -160° = 80 % -180° = 85 % -200° = 90 % -220° = 95 % R. = 1,0 T. = 4,0	d_{15} = 0,680 31-40° = 2,0 Vol.% -60° = 4,5 % -80° = 8,0 % -100° = 10,0% -120° = 77,5% -140° = 81,5% -160° = 82,5% R. 5% -180° = 85% T. 11,0%	- 200° 33% 200° 8%	- 200° 55% 2,5%	56
1011b	266 g	65-70°C	Isobutanol 740 g	tert. Butanol 740 g	71 % 880 g	d_{15} = 0,780 85-100° Vol.% -110° = 12 -120° = 4 -130° = 61 -140° = 72 -150° = 80 -160° = 85 -180° = 87 -200° = 90 -220° = 95 R. = 3 T. = 2	d_{15} = 0,680 21-30° = 11,5 % -40° = 5,0 % -50° = 7,0 % -60° = 19, -70° = 23,5 -80° = 24,5 -90° = 5,0 -105° = 12,5 -115° = 67 -125° = 76,0 -135° = 80,0 -145° = 82,3 -155° = 88,0 T. = 5,7			

Hochdruckversuche
Lu 558

3. November 1941 No/Kl

576

Äthylenoxyd.

Äthylenoxyd ist eine brennbare Flüssigkeit von Molekulargewicht 44 und einen Siedepunkt von 13,5°C. Es wird wegen seiner starken Giftigkeit für Insekten bei verhältnismäßig geringer Wirkung auf Menschen zur Schädlingsbekämpfung angewendet. (Wohnungsdurchgasung) Aus diesem Grunde ist die Frage nach der mit der Brennbarkeit verbundenen Explosionsgefahr von großer Bedeutung. In der folgenden Tabelle sind die Verbrennungswärme, der Sauerstoffbedarf bei vollständiger Verbrennung, ferner die untere und obere Zündgrenze in Luft für Äthylenoxyd und zum Vergleich auch für Wasserstoff und Kohlenoxyd angegeben:[1]

Tabelle 1

Brennstoff	Verbrennungswärme b. konstantem Druck /Mol.	/kg	O_2-Bedarf b. vollst. Verbrennung Vol.%[2]	gr. O_2/100 gr Brennstoff	Zündgrenzen in Luft[3] untere Vol.%[4]	gr./cbm	obere Vol.%	gr./cbm	O_2-Gehalt in Vol.%[3] an der Zündgrenze untere	obere
Äthylenoxyd	312	7100	71,5	91	3,0	54,5	80,0	1450	87	4,9
Wasserstoff	68,4	34700	33,3	400	5,0	4,1	72,0	59,5	79,6	7,5
Kohlenoxyd	68	2430	33,3	28,6	12,5	144,5	74,2	857	59	6,7

Bemerkenswert ist der große Bereich, innerhalb dem Äthylen-Luft-Gemische gezündet werden können. Die untere bzw. obere Zündgrenze liegt unter gleichen Bedingungen noch unter bzw. über den entsprechenden Zündgrenzen für H_2-Luft- und CO-Luft-Gemische.

1) nach 1) W. Jost "Explosions- u. Verbrennungsvorgänge in Gasen"
2) Landolt-Börnstein-Tabellen
2) bezogen auf Mischung Luft-Brennstoff
3) bezogen auf Mischung O_2-Brennstoff
4) bei Atmosphärendruck und 20°C

Unter der Voraussetzung, daß CO_2 lediglich als Verdünnungsmittel wirkt[1], sind in Tabelle 2 die Mengen CO_2 berechnet, die den in Tabelle 1 angegebenen Brennstoffen zugesetzt werden müssen, damit bei beliebiger Mischung mit Luft keine Zündung mehr erfolgen kann. Dabei wurde angenommen, daß ein CO_2-Brennstoff-Gemisch dann nicht mehr in Luft gezündet werden kann, wenn sich bei Umsetzung mit der theoretischen Menge Luft eine Verbrennungsendtemperatur ergibt, die kleiner ist als die Verbrennungsendtemperatur an der unteren Zündgrenze ohne CO_2-Zusatz. Aus der Tabelle geht hervor, daß bei Äthylenoxyd zur Beseitigung der Explosionsgefahr eine größere Menge eines Inertgases hinzugefügt werden muß als sonst bei Wasserstoff.

Tabelle 2

Brennstoff	Vol.Teile CO_2 auf einen Vol.Teil Brennstoff
Äthylenoxyd	11,4
Wasserstoff	9,6
Kohlenoxyd	2,1

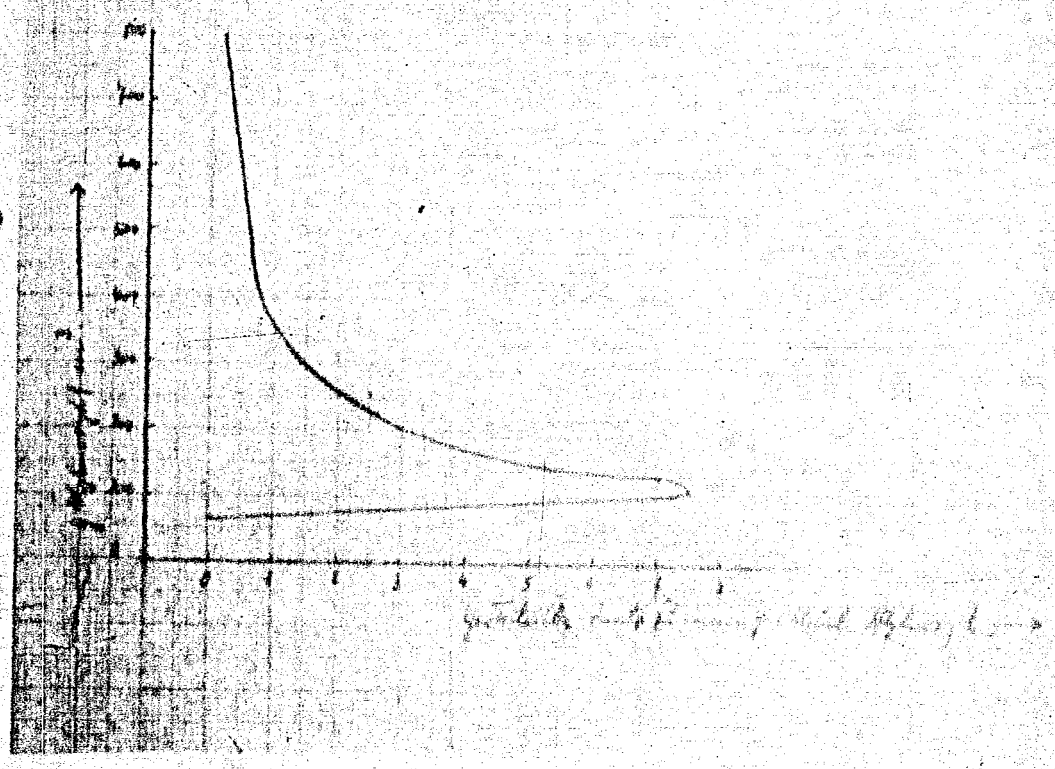
Es ist nun bekannt, daß Kohlensäure bei einigen Brennstoff-Luftgemischen kettenabbrechend wirkt, mithin die Explosionsgefahr schon bei geringeren Zusätzen als den thermodynamisch berechneten beseitigt wird.

Von amerikanischen Forschern[2] wurde gefunden, daß ein Zusatz von 7 ½ Teilen auf 1 Teil Äthylenoxyd zu einer vollkommenen Beseitigung der Explosionsgefahr führt.

Auf dem folgenden Kurvenblatt ist das Entflammungsgebiet von Äthylenoxyd-CO_2-Luftgemischen nach Versuchen der Hochdruckversuche

1) R.M. chemisch in keiner Weise in den Verbrennungsvorgang eingreift.
2) R.M. Jones Ind.Eng.Chem. 25 S.394 (1933)

Gesellschaft für Schädlingsbekämpfung wiedergegeben[1].



Aufgrund dieser Tatsachen bestehen daher für die gefahrlose Anwendung von Äthylenoxyd zur Schädlingsbekämpfung zwei Möglichkeiten: Entweder man bleibt unter der Konzentration der unteren Zündgrenze, was aber bei Wohnungsdurchgasungen infolge unvermeidlicher Konzentrationsschwankungen schwer durchführbar sein dürfte, oder aber man verwendet ein Gemisch von Äthylenoxyd-Kohlensäure im Verhältnis[2] 1 : 7,5.

Erwähnt sei noch, daß nach einer Feststellung von Staudinger[3] das Arbeiten mit Äthylenoxyd in komprimierten Stahlflaschen mit Gefahr

1) Vergl. Z. angew. Chem. 1938 51 S. 29
2) Vol.- oder Gewichtsverhältnis da Äthylenoxyd und Kohlensäure die gleichen Molekulargewichte besitzen.
3) Ber. der Deutschen Chem. Gesellschaft 62 (1929) S. 2397

verbunden ist, da durch eine Verunreinigung eine autokatalytische Polymerisation explosionsartig einsetzen könnte. Die Polymerisationswärme beträgt schätzungsweise 20-30 kcal/Mol und wird so rasch frei, daß das unpolymerisierte Produkt plötzlich verdampft, wobei hohe Drucke in den Bomben entstehen können. Die Verdampfungswärme des Äthylenoxyds beträgt 6,1 kcal/Mol.

gez. Pennsylvanier

TITLE PAGE

XI. Coal petrography and hydrogenation.

TITLE PAGE

1. Erforschung hydrierfähiger Kohlen (Dr. Erich Stach).
   Suitability of coal for hydrogenation.

Frame Nos. 580 - 583

580

Dozent Hauptmann Dr. Erich Stach
Feldpost- Nr. : L 17523
Luftgaupostamt Paris

Erforschung Hydrierfähiger Kohlen.

Die Erdölwirtschaft wird sich nicht nur mit der Erforschung des Erdöls selbst, sondern auch mit dem wichtigen Ausgangsstoff für synthetische Treibstoffe, mit der Kohle, befassen müssen. Für Forschungen über Schwelung und Hydrierung der Kohlen ist

erstens ein kohlenchemisches Laboratorium erforderlich, das für Elementaranalysen, Schwelanalysen, Koksuntersuchungen usw. eingerichtet ist;

zweitens aber muss die Kohle auch physikalisch (optisch) untersucht werden.

Die Steinkohle z.B. ist aus Glanz- und Mattkohlenlagen aufgebaut, und diese verhalten sich technisch verschieden. Durch die chemische Analyse ist aber nicht festzustellen, wieviel Glanz- oder Mattkohle eine bestimmte Probe enthält, da durch die Elementaranalyse nur C, H, O usw. bestimmt werden. Man kann die Zusammensetzung aus den verschiedenen Streifenarten nicht etwa z.B. aus dem Gasgehalt errechnen, da dieser vom Inkohlungsgrad, dem geologischen Reifezustand der Kohle abhängt. Umgekehrt kann man aber auch den Inkohlungsgrad der Gesamtkohle chemisch nicht einwandfrei bestimmen, da zwei Kohlen gleichen Inkohlungsgrades verschiedenen Mattkohlengehaltes und mithin verschiedene Mengen flüchtiger Bestandteile haben können. Ausserdem ist die Mattkohle in sich noch wieder in unregelmässiger Weise aus verschiedenen Gemengteilen zusammengesetzt, von denen die einen die Verkokung fördern, die anderen in grosser Menge dagegen nachteilig sind. Will man also eine Steinkohle einwandfrei beurteilen, so muss man zwei physikalische Untersuchungen zur chemischen Untersuchung hinzufügen:

1. die Bestimmung des Inkohlungsgrades mit Hilfe der Reflexionsmessung und
2. die petrographische (mikroskopische) Analyse zur Bestimmung der Streifenarten und der Verteilung des Aschengehaltes.

Dozent Hauptmann Dr. Erich Stach
Feldpost-Nr. : L 17520
Luftgaupersonalamt Paris

Erforschung Ostfranzösischer Kohlen.

Die Kohlenwirtschaft wird sich nicht nur mit der Erforschung des Erzeugnisses selbst, sondern auch mit dem wichtigsten Ausgangsstoff für synthetische Treibstoffe, mit der Kohle, befassen müssen. Für Forschungen über Schwelung und Hydrierung der Kohlen ist

erstens ein kohlenchemisches Laboratorium erforderlich, das für Elementaranalysen, Schwelanalysen, Fließuntersuchungen usw. eingerichtet ist;

zweitens aber muss die Kohle auch physikalisch (optisch) untersucht werden.

Die Steinkohle z.B. ist aus Glanz- und Mattkohlenlagen aufgebaut, und diese verhalten sich technisch verschieden. Durch die chemische Analyse ist aber nicht festzustellen, wieviel Glanz- oder Mattkohle eine bestimmte Probe enthält, da durch die Elementaranalyse nur C, H, O usw. bestimmt werden. Das kann die Zusammensetzung aus den verschiedenen Streifenarten nicht etwa z.B. aus dem Gasgehalt erreichen, da dieser vom Inkohlungsgrad, dem zeitlichen Reifezustand der Kohle abhängt. Dagegen kann man aber auch den Inkohlungsgrad der Steinkohle chemisch nicht eindeutig bestimmen, da zwei Kohlen gleichen Inkohlungsgrades verschiedenen Mattkohlengehaltes und within verschiedene Mengen flüchtiger Bestandteile haben können. Außerdem ist die Mattkohle in sich noch wieder in unregelmäßiger Weise aus verschiedenen Bestandteilen zusammengesetzt, von denen die einen die Verkokung fördern, die anderen in großer Menge dagegen enthalten sind. Nur mit Glanzkohle eine Steinkohle einwandfrei beurteilen, so dass man zwei physikalische Untersuchungen zur chemischen Untersuchung hinzufügen:

1. die Bestimmung des Inkohlungsgrades mit Hilfe der Reflexionsmessung und
2. die petrographische (mikroskopische) Analyse zur Bestimmung der Streifenarten und der Verteilung des Aschengehaltes.

enthalten eine bestimmte Probe enthält, da durch die Elementaranalyse nur C, H, O usw. bestimmt werden. Man kann die Zusammensetzung aus den verschiedenen Streifenarten nicht etwa z.B. aus dem Gasgehalt errechnen, da dieser vom Inkohlungsgrad, dem geologischen Reifezustand der Kohle abhängt. Umgekehrt kann man aber auch den Inkohlungsgrad der Gesamtkohle chemisch nicht einwandfrei bestimmen, da zwei Kohlen gleichen Inkohlungsgrades verschiedenen Mattkohlengehaltes und mithin verschiedene Mengen flüchtiger Bestandteile haben können. Außerdem ist die Mattkohle in sich noch wieder in unregelmäßiger Weise aus verschiedenen Gemengteilen zusammengesetzt, von denen die einen die Verkokung fördern, die anderen in großer Menge dagegen schädlich sind. Will man also eine Steinkohle einwandfrei beurteilen, so muß man zwei physikalische Untersuchungen zur chemischen Untersuchung hinzufügen:

1. die Bestimmung des Inkohlungsgrades mit Hilfe der Reflexionsmessung und
2. die petrographische (mikroskopische) Analyse zur Bestimmung der Streifenarten und der Verteilung des Aschengehaltes.

Ebenso müssen Hochtemperatur- und Schwelkoks mikroskopisch untersucht werden.

Erwähnt sei auch, daß durch die mikroskopische Untersuchung im Gegensatz zur chemischen Analyse Verfälschungen von Kohlen, also z.B. die Zumischung von Braunkohlenstaub zu Steinkohlenstaub oder die Zumengung von Magerkohle zu Gasflammkohle usw. klar erkannt werden können.

Auch die Hydrierfähigkeit von Steinkohlen hängt mit Inkohlungsgrad und petrographischen Aufbau zusammen. Es liegen erst wenige petrographische Untersuchungen über hydrierfähige Steinkohle vor und zwar nur aus dem Ruhrgebiet. Da müßten diese Arbeiten fortgeführt, ferner auch auch die anderen Steinkohlenlager Groß-deutschlands planmäßig im Hinblick auf Hydrierung und Schwelung untersucht werden. Es brauchen da nicht wahllos alle Flöze untersucht werden, sondern es kommen, wie man sehen weiß, nur bestimmte Flözgruppen in Frage. Dennoch handelt es sich um sehr umfangreiche Arbeiten, die von Kohlenpetrographen Hand in Hand mit dem Kohlenchemiker durchgeführt werden müßten. Es wird sich ergeben, daß Flöze bestimmter petrographischer Zusammensetzung und bestimmten Inkohlungsgraden für die Hydrierung die bestmöglichen sind. Diese könnten dann vorzugsweise für Hydrierzwecke vorbehalten und abgebaut werden. Allerdings müßte die geförderte Hydrierkohle laufend überprüft werden, da sich entsprechend der Änderung der geologischen Verhältnisse die technische Eignung ändern kann. Verbesserungen der Hydrierverfahren könnten ferner später dazu führen, daß der Kreis der hydrierfähigen Flöze erweitert werden kann, so daß die diesbezüglichen Forschungsarbeiten immer weiter fortgesetzt werden müßten.

An Personal für eine solche Kohlenforschungsstelle sind außer einem Leiter etwa drei Dipl. Ing. oder Dr. phil. erforderlich, ferner ein Kohlenchemiker und drei bis vier Laboranten.

Es wäre die Einrichtung eines kohlenchemischen Laboratoriums und eines kohlenpetrographischen Laboratoriums mit Räumen für die Probenzerkleinerung, Schleifeinrichtungen, Mikroskopierzimmer und Dunkelkammer erforderlich, ähnlich wie es beim Bergbauverein in Essen für das Ruhrgebiet bereits eingerichtet ist.

Im Felde, Januar 1941 gez. Stach.

Zusammenstellung über Zahlenwerte

Folgend sind die Hauptitypen und ihre wichtigsten Daten:

Bezeichnung	Analyse					Heftgehestandteile				
	S Asche	S O	N Stick.	Flamm. Bestand Seite	Gesamt Tanner	Faser-Kohle	Harte Grass-Kohle	Kohle	Abbrand bei 1,5 kg pr. Std. 12,9 l. Durchf. Kohlenwasser	Abbrand-Verhältnis A 241 = 100 % gesetzt
K 241	23,2	3,8	75,5	4,51	51,5	18,5 / 1,5	5	13	82	77 %	100
K 240 Wiedaisler-Kohle	27,8	64,2	5,48	22,4	5,4 / 1,5	32	3	62	38 %	49	Brennert
K 247 Kleinzeche Kohle	27,7	5,6	4,26	37,5	12,5 / 1,5	—	12	—	74 %	96	
K 1[illegible] Fettkohle Zweifel	2,0	87,8	4,63	[illegible]	4,4 / 1,5				83 %	54	[illegible]
[illegible]	[illegible]	[illegible]	[illegible]	[illegible]	7,4 / [illegible]	[illegible]	[illegible]	[illegible]	[illegible]	[illegible]	[illegible]

583

Abschrift.

7.März 1938 Ob.

Über Gefüge - Bestandteile.

(für Vortrag am 11.3. in Essen)

	spez. Gewicht	Härte	Verhalten beim Verkoken	Asche-Gehalt Durchschn.	hauptsächl. Zusammensetzung der Asche	Hydrierbarkeit	durchschn. Abbau
Glanzkohle (Vitrit, Clarit)	1,28 - 1,30	hart sprödes	mehr viel flüchtig fester Koks	1 - 2%	$CaO \cdot Fe_2O_3$	aus tiefen Flözen besser als Mattkohle	99 %
Mattkohle (Durit)	1,30 - 1,41	weich elastisch	viel flüchtig brockiger Koks	2 -10%	Al_2O_3 SiO_2	aus höheren Flözen besser als Glanzkohle	94 %
Faserkohle (Fusit)	1,5 -> 1,5	brockig zerfallend	wenig flüchtig Sandkoks	15 -30%	CaO, MgO, SiO_2 Fe_2O_3	schlecht hydrierbar	50 %

583

Hochdruckversuche
Lu 498

582

Abschrift.

den 10.Ju

Zusammenstellung über Ruhrkohlen.

Folgend sind die Haupttypen und ihre wichtigsten Daten:

Bezeichnung	Analyse % Asche	% C	H_2 disp.	flüchtige Bestandteile	Urteer Wasser	Gefügebestandteile Faserkohle	Mattkohle	Glanzkohle	Abbau bei 1,5 kg pro Liter Öl.Vol. Durchsc. Kohlebrei
K 241 Fettkohle	2,6	75,5	4,61	21,6	10,2 / 1,9	8	13	82	77 %
K 240 Kokskohle Hartkohle	1,8	84,2	4,49	22,4	1,8 / 5,1	42	3	60	98 %
K 247 Flammkohle	2,1	81,6	5,26	37,5	12,6 / 4,5	—	1	—	94 %
K [illegible] Fettkohle	2,1	87,6	4,41	[illegible]	1,2 / 1,7				[illegible]
K 204 Grasfaser-Flammkohle	[illegible]	[illegible]	4,7	35,4	11,6 / [illegible]	—	[illegible]	[illegible]	

2. Stellungnahme zum Schriftsatz Dat. Dr. R. Stracke.
Remarks to the Report of Dr. Dr. R. Stracke.

TITLE PAGE

TITLE PAGE

2. Stellungnahme zum Schriftsatz Doz. Dr. E. Stach.
Remarks to the paper of Doz. Dr. E. Stach.

Frame Nos. 584 - 585

585

Stellungnahme zum Schriftsatz Doz. Dr. E. Stach.

1.) Kohlenpetrographische Untersuchungen werden [illegible] der Entwicklungsarbeit als [illegible] den Hydrierwerken [illegible] schon seit Jahren ausgeführt [illegible] diesser Beziehung schon in [illegible] untersucht.

2.) Diese Untersuchungen werden in [illegible] den Prüfverfahren, [illegible] statische oder dynamische [illegible] Versuch eine eindeutige Beurteilung einer Kohle hinsichtlich ihrer Hydrierfähigkeit erlaubt.

3.) Trotz der umfangreichen [illegible] Forschung im In- und Ausland, die in zahlreichen [illegible] zum Ausdruck kommt, ist der [illegible] bisher recht gering geblieben. Auf [illegible] dieser Forschungsrichtung [illegible] Erfolge zu erwarten sein.

4.) Auch für die [illegible] für die Verschwelung [illegible] im Grossen und [illegible]

5.) Bezüglich der [illegible] und Verschwelung [illegible] sante wissenschaftliche [illegible] Vorgänge und naturgesetzlichen Zusammenhänge [illegible] tisch nicht über das hinausgehen, was [illegible] methoden ergeben.

6.) Ausser verschiedener Industrielaboratorien [illegible] graphische Untersuchungsverfahren, ist in [illegible] modern eingerichtete Institut von Kohlegas in [illegible] bei der heutigen Planwirtschaft auch für [illegible] Verfügung stehen könnte, sowie die [illegible] eines zweiten [illegible] ohne Institutes [illegible] erforderlich [illegible]

bei der heutigen Planwirtschaft wenn die notwendigen Kräfte zur Verfügung stehen sollen, [illegible] einer zweiten [illegible] ohne Institute z.Zt. nicht erforderlich erscheint.

7.) Dr. S t a c h hat auf kohlenpetrographischem Gebiet zweifellos Pionierarbeit geleistet und außerordentlich viel veröffentlicht.

Stach's Forschungsergebnisse sind in seinem Lehrbuch

"Kohlenpetrographisches Praktikum" (1935)

und "Lehrbuch der Kohlenpetrographie" (1935)

zusammengefaßt.

Aus seinen sonstigen Veröffentlichungen sind folgende bemerkenswert:

"Die Anfertigung von Kohlenstaubpräparaten und ihre Analysierung im projizierten Mikrobild"

(Brennstoffchemie 15,147 (1934))

"Die praktische Bedeutung der Kohlenpetrographie"

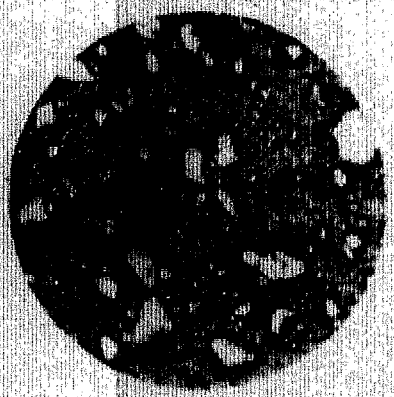
(Glückauf 69,[illegible] (1933))
(gemeinsam mit Lehmann)

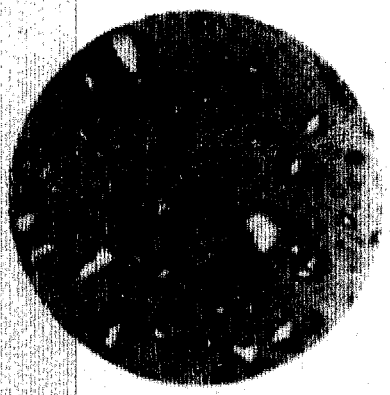
Die Bücher von Stach enthalten weitere wertvolle Literaturhinweise.

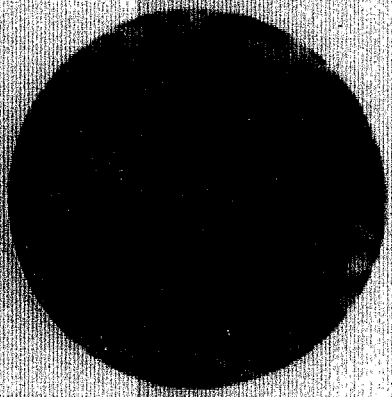
TITLE PAGE

3. Hydrierversuche mit Kohlen verschiedener petrographischer Zusammensetzung im Drehautoklaven.
Hydrogenation tests with coal of various petrographic compositions in the rotating autoclave.

Frame Nos. 586 - 592







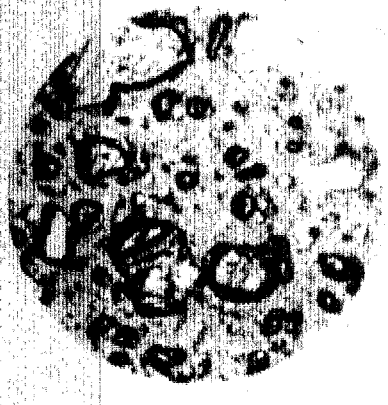
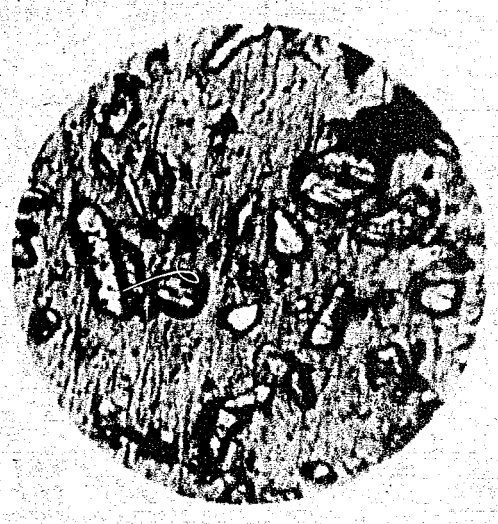
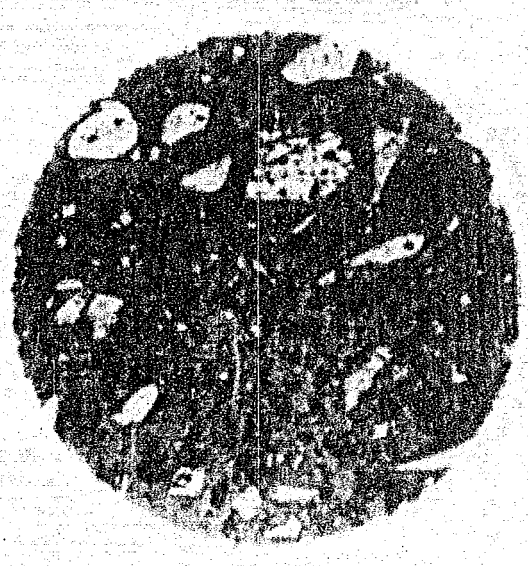
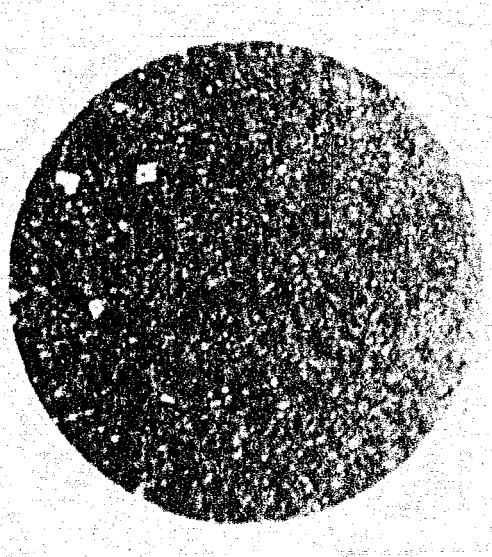


Bild 2







Hydrierversuche mit Gefügebestandteilen aus ein- und derselben Kohle liegen nicht vor. Eine von Herrn Dr. Lehmann in ihren Gefügebestandteile zerlegte Braunerkohle zeigte folgende analytische Daten:

	Glanzkohle I	Glanzkohle II	Mattkohle	Faserkohle
% Asche a.T.K.	1,45	3,79	5,74	13,11
% C a. Reinkohle	87,12	87,52	86,84	86,70
H	5,16	5,13	4,96	4,76
O	6,32	5,85	6,61	6,69
N	0,56	0,58	0,62	0,85
S flüchtig	0,84	0,92	0,97	1,00
S genamt	0,98	0,95	1,11	1,19
H disp. a. 100 % C	4,84	4,85	4,54	4,25

Hydrierversuche mit Gefügebestandteil[illegible]
Kohle liegen nicht vor. Eine von [illegible]
Gefügebestandteile zerlegte Braunk[illegible]
analytische Daten:

	Glanz-kohle I	[illegible]	[illegible]	[illegible]
% Asche a.T.K.	1,45	[illegible]	[illegible]	[illegible]
% C a.Reinkohle	87,12	[illegible]	[illegible]	[illegible]
H	5,16	[illegible]	[illegible]	[illegible]
O	5,52	[illegible]	[illegible]	[illegible]
N	0,96	[illegible]	[illegible]	[illegible]
S flüchtig	0,24	[illegible]	[illegible]	[illegible]
S gesamt	0,96	[illegible]	[illegible]	[illegible]
H disp. a.100 % C	4,54	[illegible]	[illegible]	[illegible]

O	6,52	5,85	6,61	6,69
N	0,56	0,58	0,62	0,85
S flüchtig	0,84	0,92	0,97	1,00
S gesamt	0,98	0,99	1,11	1,19
H disp. a.100 g C	4,84	4,85	4,54	4,25

TITLE PAGE

1. Untersuchung, Trennung und Hydrierung der Kohlegefügebestandteile (Lit.-Angaben) mit Nachtrag.
   Investigation, separation and hydrogenation of the structural components of coal (Lit. review) with supplement.

Frame Nos. 593 - 608

Untersuchung, Trennung und Hydrierung der Kohlegefügebestandteile (Lit.-Angaben).

Früher beschränkte man sich bei der Bewertung einer Kohle ausschließlich auf die Ergebnisse der chemischen Untersuchung. Da jedoch die verschiedenen Gefügebestandteile der Kohle, die jeweils Kohlenstoff an Kohlenstoff, Wasserstoff und Sauerstoff enthalten, mit der chemische Analyse keinen Aufschluß über die Verteilung der einzelnen Gefügebestandteile in der Kohle [illegible] dazu übergegangen auch petrographische Merkmale für die Kohlebewertung heranzuziehen. Allerdings haben sich diese hoch gespannten Erwartungen nicht ganz erfüllt; trotzdem brachte die Untersuchungsweise eine Reihe neuer Erkenntnisse. Man unterscheidet homogene und heterogene Kohlegefügebestandteile. Zu den ersteren gehören Nitrit (Glanzkohle) und Fusit (Faserkohle), zu den letzteren Durit (Mattkohle). Die Mattkohlen können [illegible] ihrer Bildungselemente (Humose und [illegible], [illegible] Pflanzenreste) ganz verschiedenartig zusammengesetzt sein und demgemäß auch in kohlechemischer Hinsicht [illegible] andern verhalten. [illegible]

Untersuchung, Trennung und Bestimmung
Bestandteile (Lit.-Angaben)

Früher beschränkte man sich bei [illegible] schließlich auf die Ergebnisse der [illegible] doch die verschiedenen Inhaltsbestandteile an Kohlenstoff, Wasserstoff und Sauerstoff [illegible] chemische Analysen keinen Aufschluß über Gefügebestandteile in der Kohle [illegible] dazu übergegangen auch petrographische [illegible] tung heranzuziehen. Allerdings [illegible] Erwartungen nicht ganz erfüllt [illegible] tungsweise eine Reihe neuer Erkenntnisse [illegible] und heterogene Kohlegefügebestandteile [illegible] Nitrit (Glanzkohle) und Durit (Fettkohle) [illegible] (Mattkohle). Die Mattkohlen [illegible] ihrer Bildungselemente (Bestandteile [illegible] Pflanzenreste) ganz verschiedenartig [illegible] demgemäß auch in Kohlenoberflächen [illegible] anders verhalten, während bei der [illegible] wechselnde Inkohlungsgrad eine [illegible] halter bedingt (Kühlwein, Fischer [illegible] Krupp, Glückauf [illegible]).

1. Zur Untersuchung der [illegible] mikroskopische Verfahren angewendet [illegible] Franklin, [illegible]).

Die Kohle wird nach [illegible] oder auffallendem Licht untersucht [illegible] suchung im durchfallenden Licht, [illegible]

Die Verascherung eines [illegible] Tonsellustiegel, wobei ein [illegible] unter dem Mikroskop bewertet wird. Dieses [illegible] xenden Kohlen nicht anwenden.

Die Auslaugung der Kohle [illegible] durch die leichter löslichen Bestandteile der Kohle selbst [illegible] die schwer zersetzlichen Pflanzenreste [illegible] werden. Für diese Mazeration verwendet man [illegible] Gemisch aus Calciumchlorat und Salzsäure [illegible] säure („Diphanol").

Die wichtigste Methode zur [illegible] Kohleproben im durchfallenden Licht ist die Dünnschliffmethode, bei der ein bis zur Durchsichtigkeit [illegible] chen im Mikroskop betrachtet wird.

Gute Resultate liefert [illegible] nach dem Einbetten mit Flüssigkeiten [illegible] die Kohle mit dem Mikrotom geschnitten wird. [illegible] gewöhnlichen Methode wurden gute [illegible] und [illegible] befriedigende Resultate beim Mikrotomschneiden erhalten.

Da die Untersuchung der Kohle im durchfallenden Licht [illegible] rig herzustellende Dünnschliffe erfordert und außerdem bei Kohlen, die auch im dünnsten Schliff nicht durchsichtig werden, nicht anwendbar ist, wurde die Untersuchung der Kohle im auffallenden Licht entwickelt (Stach, Kühlwein, Glückauf 64, 862; Bodo, Brennstoffchemie 20, 1120), wobei die Kohle nur angeschliffen zu werden braucht. Nach folgende Ätzung der Schliff-Fläche [illegible] eine oberflächliche Veraschung des Schliffes mit [illegible] die Gefügebestandteile [illegible]. Ein [illegible] auf der Schliff-Fläche kann auch durch [illegible] werden. Dieser sogenannte Kohlenrelieftinchliff hat den Vorteil, daß er leicht zu erzeugen ist und bei den meisten Kohlen [illegible] erfolgreich ist. Zur Untersuchung von Kohlenanschliffen [illegible] Stach (Brennstoffchemie 17, 147; „Lehrbuch der Kohlenpetrographie", 1935) verschiedene Methoden. Dabei wurden die Kohlenanschliffe durch eine Kurzmasse, Wachs oder Druck verfestigt und [illegible].

Folgende Tabelle gibt eine Übersicht über die Gefügebestandteile der Reinkohle. Zwischen Vitrit, Durit und Fusit kommen häufig Übergänge vor (Lehmann, Stach, Glückauf 64, [illegible]).

Gefügebestandteil	Ursprungsmaterial	Struktur	Dünnschliff	Reliefschliff	Aussehen
Vitrit (Glanzkohle)	Humus (Land- und Sumpfpflanzen, z.B. Rinde, Holz). Verschiedene Grade der Inkohlung (Torf, Braunkohle, Mohl-Bergkohle, Edelkohle)	Struktur fehlt häufig, wenn vorhanden: Holzstruktur; spröde, zerfällt leicht in kleinere Stücke.	dunkelrot-braune Masse	gleichmäßiger Glanz; glatte Oberfläche, nur durch Klüfte unterbrochen	glänzend, muschelig Bruch Spez. Gew. 1,272 - 1,333
Durit (Mattkohle)	Sporenreicher Faulschlammtorf. Spore (Carpodal) auch Vitrit) in strukturlos zerworrene Pflanzenmaterial eingebettet (enthält mehr H als Vitrit). Aschengehalt in weiten Grenzen, höher als Vitrit, da Pflanzen-reich an Mineralien	reiner Durit	entstehen-lich aus Algen und nicht aus Sporen entstanden	hauptsächlich Vitrit	Zellstruktur

Bei der in der Kohle vorhandenen Asche handelt es sich nicht nur um Pflanzenmaterial, sondern auch um anorganische Mineralien und Gesteine, die zuweilen in inniger Verwachsung mit der Kohle auftreten. Die tonige Substanz findet sich [illegible] der Kohle. Die Faserkohle ist [illegible] Glanzkohle am aschearmsten.

Die flüchtigen Bestandteile der Kohle sind [illegible] hängig von der Beschaffenheit der Mutterkohle, [illegible] Sporen und anderen Bitumenstoffen bedingt. [illegible] Mit steigendem Bitumengehalt wird die Kohle [illegible] ler (Hoffmann, Glückauf 66, 933).

Die Kohlearten setzen sich ungefähr folgendermaßen aus den Gefügebestandteilen zusammen:

Anthrazit	→ Abnehmender Inkohlungsgrad → Streifenkohle	Cannelkohle	Boghedkohle	Glanzkohle, Fettkohle	Braunkohle
Streifen aus Vitrit und Durit	wenig Fusit	reiner Durit	entstehen-lich aus Algen und nicht aus Sporen entstanden	hauptsächlich Vitrit	Zellstruktur
Zwischen den Streifen Fusit eingebettet	Gefügebestandteile deutlicher erkennbar als bei Anthrazit. 78-93 % C Ist gewöhnl. Reinkohle. Techn. Unterscheidung: Magerkohle Fettkohle Gaskohle - Gasflammkohle. Magerkohle bis Gasflammkohle abnehmender Inkohlungsgrad	Pseudo-cannelkohle: Durit mit schmalen Vitrit-oder Fusitstreifen (Übergang zu Streifenkohle) Cannelkohle bildet oft Übergang zum Glanzschiefer			
Gefügebestandteile nur undeutlich unterscheidbar					

Zur Feststellung des Inkohlungsgrades wird die Kohlegrasse im polarisierten Licht betrachtet, denn mit zunehmendem Inkohlungsgrad nehmen Anisotropieeigenschaften und Reflexionsvermögen zu.

Die Gasflammkohle läßt bei ihrer niederen Struktur [illegible] einzelnen Gefügebestandteile gut unterscheiden, [illegible] geringste Änderung erfahren im Vergleich zu den [illegible]

Zur Feststellung des Inkohlungsgrades wird die Kohle im polarisierten Licht betrachtet, denn mit zunehmenden Inkohlungsgrad nehmen Anisotropieeigenschaften und Reflexionsvermögen zu.

Die Gasflammkohle läßt bei ihrer niederen Inkohlung die einzelnen Gefügebestandteile gut unterscheiden, da sie die geringste Änderung erfahren im Vergleich zu den anderen Kohlenarten.

In der Gaskohle sind die Sporen, Kutikeln usw. auch noch gut erhalten, aber weniger deutlich zu erkennen als bei der Gasflammkohle.

Sehr stark ist schon die Veränderung der bituminösen Körper in der Fettkohle, die sich darum auch weniger deutlich erkennen lassen.

In der Magerkohle ist die Mattkohle am unwesentlichsten geprägt, weil die Inkohlung die Sporen und anderen bituminösen Körper am weitgehendsten verändert hat.

Die petrographische Zusammensetzung ändert sich von der Gasflammkohle bis zur Magerkohle. Bei der Ruhrkohle fand man folgende Durchschnittswerte:

Gehalt an	Mattkohle	Glanzkohle	Faserkohle	Mineralischen Bestandteilen
Gasflammkohle	25 %	ca. 65 %	3,6 %	↑ Zunahme
Gaskohle	25 %	↓ Zunahme	3,6 %	
Fettkohle	13 %		2,9 %	
Magerkohle	7 %	ca. 90 %	2,5 %	

(Lehmann, Stach, Glückauf 66, 289).

2. Die Trennung der Gefügebestandteile der Kohlen voneinander läßt sich nach verschiedenen Verfahren durchführen. Das einfachste Sieben ist unzweckmäßig, da Vitrit und Durit wegen des so geringen Härteunterschiedes bei der gewöhnlichen Zerkleinerung ziemlich gleiche Korngrößen liefern. Die Zerkleinerung durch elastische Schläge bei dagegen ausreichend unterschiedliche Korngrößen ergeben können. (Hoffmann, Glückauf 69, 536; Lehmann, Proc. 5. Internat. Conf. Bit. Coal 1931 Bd. II, 686). Bei elastischen Schlägen wird bei den plötzlich auftretenden Druckstößen die Elastizitätsgrenze der Glanzkohle überschritten, während die festere Mattkohle längere Zeit standhält und nur den Stößen ausweichen sucht. Dadurch in den

gröberen Fraktionen die Mattkohle, in den feineren Fraktionen die Glanzkohle angereichert. Die Zähigkeit und Härte der Mattkohle wächst mit ihrem Bitumengehalt. Die Faserkohle findet sich hauptsächlich in den feinsten Zerkleinerungsfraktionen.

Da Glanz- und Mattkohle einerseits einander sehr nahe gleiches spezifisches Gewicht haben, Faserkohle aber andererseits spezifisch schwerer ist, lassen sich auf Grund dessen Trennungen durchführen. Das Schwimm- und Sink-Verfahren führt zu guten Resultaten und ist das am meisten angewendete Verfahren (Raub, Glückauf 75, 361; Gütte, Glückauf 72, 738). Die Trennung wird in schweren Lösungen (in Tetrachlorkohlenstoff + Xylol bezw. Bromoform + Benzol, Gewicht über 1,6) vorgenommen. Jedoch führt der verschiedene Abbaugrad der Mattkohle immer wieder zu größeren Ungenauigkeiten bei der Trennung (Stach, Internationale Bergwirtschaftliche Bergtechnik 1936, 26).

Matt- und Glanzkohle lassen sich nach diesem Verfahren ebenfalls einwandfrei trennen. Ein Beispiel für die Trennung nach dem Schwimm- und Sink-Verfahren gibt folgende Tabelle (Raub, Glückauf 75, 1025).

Spez. Gew.	Schwimmender Anteil					Absinkender Anteil
	Vitrit %	Clarit %	Durit %	Faserkohle %	Grundmasse %	%
1,9	48,3	26,4	5,8	7,6	7,4	1,6
1,8	47,3	26,4	5,8	7,6	7,9	10,6
1,75	42,2	26,4	5,7	6,9	7,1	12,1
1,6	41,1	26,2	5,6	6,9	7,0	13,2
1,5	40,8	25,5	5,3	6,9	7,0	16,0
1,4	38,2	25,2	4,7	5,1	7,1	25,5

Eine Abänderung des Schwimm- und Sink-Verfahrens stellt das Schleuder-Sink-Verfahren dar, bei dem die Trennung ebenfalls in schweren Lösungen erfolgt und das Absinken der Teilchen durch Schleudern stark beschleunigt wird. Außerdem bewirkt das Schleudern eine schärfere Trennung der Gefügebestandteile.

Da das Schwimm- und Sink-Verfahren Ungenauigkeiten infolge des Auftretens von Grenzflächenkräften von [illegible] und anhaftenden Luftblasen, hat man statt der Flüssigkeiten Luft zu verwenden versucht. Die Kohle wird mit Luft aufgeblasen und die kleineren Körnchen mit dem Luftstrom fortgeführt. Jedoch führt diese Windsichtung nicht zu dem gewünschten Ziel.

Schließlich lassen sich die Gefügebestandteile auf Grund ihrer verschiedenen elektrischen Leitfähigkeit voneinander trennen (Stach, Internationale Bergwirtschaft und Bergtechnik 1930, 250). Diese elektrostatische Kohlenbestimmung kann jedoch nur auf Faserkohle angewendet werden. Die Leitfähigkeit der Faserkohle ist größer als die der anderen Bestandteile, so daß bei Anlegung eines elektrischen Feldes die Faserkohle herausgezogen wird und mittels eines Luftstromes entfernt werden kann.

Alle diese Trennungsmethoden führen nur zu einer Anreicherung einzelner Gefügebestandteile, niemals zur die Trennung vollkommen.

Nach Hoffmann (Glückauf 66, 529) ist für die Verkokung am besten die Glanzkohle geeignet, für eine Hydrierung, Vergasung und Schwelung die Mattkohle und für die Kohlenstaubfeuerung die Faserkohle. Für die Hydrierung und Verkokung ist die Faserkohle hinderlich. Nach Kühlwein (Glückauf 70, 994) soll die Hydrierkohle frei von Fusit und viel Opakmasse führendes Durit sein, während an Probitumen reiche Durite erwünscht sind. Die Duritzusammensetzung läßt sich am Gasgehalt erkennen. Bei starkem Anteil der Opakmasse an der Duritzusammensetzung liegt der Gasgehalt unter 1 [illegible] Höherer Gehalt an Probitumen erheblich über [illegible] der zugehörigen Flözvitrite.

3. **Hydrierung.**

Storch und Mitarbeiter untersuchten die Hydrierung der einzelnen Gefügebestandteile von Streifenkohle.

Die Hydrierung wurde bei 280° Anfangstemperatur und 430° Maximaltemperatur, bei 7 atm in Tetralin und in Gegenwart von [illegible] während 3 Stunden vorgenommen.

Hydrierung von Anthraxylon [1] (Inst. Ber. [illegible] 31, [illegible] Bd. 24, [illegible])

Alle Proben, die weniger als 80 % C enthielten, wurden bei guter Ausbeute hydriert. Alle Anthraxylone [illegible] Resultate wie die Schieferkohlen (splint coal) gleichen C-Gehalts. Die [illegible] Bestandteile verursachen Schwierigkeiten bei der Hydrierung, während die Sporen, Kutikeln und der durchsichtige Attritus [illegible] hydrieren ist. Infolgedessen sind die Kohlen mittleren Inkohlungsgrades keine, die reichlich sporen- und harzhaltigen dagegen gute Hydrierkohlen. Diese Anthraxylone von geringem Inkohlungsgrad geben Hydrierausbeuten von 95-99 %. Die erhaltenen Teere haben höheren H- und O-Gehalt als die Originalkohle; das C/H-Verhältnis ist [illegible] geringer. Der Rückstand ist nicht opak im Gegensatz zu [illegible] von Schieferkohle (Matkohle).

Hydrierung von Attritus [1] (Matkohle) (Ind. Eng. Chem. 23, [illegible] Bd. 15, [illegible])

Der durchsichtige Attritus verhält sich bei der Hydrierung ähnlich wie Anthraxylon mit geringem C-Gehalt (niedriger Inkohlungsgrad). Reine Sporen und Sporenkohlen lassen sich [illegible] hydrieren. Ähnlich verhalten sich Kutikeln und [illegible].

1) Die englische Bezeichnung [illegible] Anthraxylon entspricht nicht [illegible] Vitrit, scheint [illegible] nung Matkohle oder [illegible] lischen Attritus, das [illegible] die entweder durchsichtig (geringer [illegible] tig (hoher Inkohlungsgrad) sein kann. [illegible] der deutschen Faserkohle oder Fusit. Die Glanzkohlen [illegible] kohlen) Schieferkohlen (splint [illegible] setzen sich aus folgenden Gefügebestandteilen [illegible] 20-35 % Anthraxylon, der [illegible] sichtig), Fusain usw., Glanzkohle: [illegible] Attritus (hauptsächlich durchsichtig), Fusain usw.

Der undurchsichtige Attritus gibt [illegible] die schlechtesten Ausbeuten bei der Hydrierung. Mit zunehmender Undurchsichtigkeit und dem Sinken des C/H-Verhältnisses, das sich nahezu dem des Fusains nähert, [illegible] erhalten werden. Die Hydrierausbeute beträgt nur 62 %. Von der opaken Kohle werden [illegible] % als nicht hydrierbar zurückerhalten. [illegible] direkt proportional der [illegible] Attritus entspricht nicht [illegible] ristische faserige Struktur, [illegible] beider Kohlebestandteile [illegible].

Die erhaltenen Teere [illegible] C/H-Verhältnis als die [illegible] proportional. Die Teere, [illegible] Harzen erhalten werden, [illegible] Gehalt. Der Hydrierrückstand [illegible] die Originalkohle.

Hydrierung von Fusain (Ind. Eng. Chem. 23, [illegible])

Erstaunlicherweise [illegible] vor viel höher erwartet. [illegible] von 25 % erhalten.

Wie weit die Hydrierung [illegible] wird, hängt [illegible] den C- und H-Gehalt, das C/H-Verhältnis und [illegible] flüchtigen Bestandteilen [illegible].

Die Hydrierung der Kohlen [illegible] leicht, dann aber vielfach [illegible] erhaltenen Teere [illegible] kohle. Der unlösliche [illegible] C/H-Verhältnis [illegible] Rückstand enthält [illegible].

Da der C-Gehalt einer [illegible] steigt, hat sich [illegible] einer Kohle [illegible] das für die [illegible] Anthraxylon [illegible] heterogenen Schieferkohlen [illegible].

bei denen der C-Gehalt ein Mittel [illegible] der [illegible] anderen bituminösen Bestandteilen [illegible] Gehalt an opaker Masse, über Mittelwerte [illegible] C/H-Verhältnis und den Gehalt an [illegible] müssen petrographische Untersuchungen [illegible]. Es kann aber als sehr wahrscheinlich angesehen werden, [illegible] C/H-Verhältnis und die Schwierigkeit der Hydrierung [illegible] der Undurchsichtigkeit zunehmen. Aber auch [illegible] wird auch noch reaktionsfähiger [illegible] besser werden.

Die Eigenschaften der hydrierten [illegible] Ausgangsmaterial an. So ist [illegible] Sporen und Harzen die Ausbeute [illegible].

Die Hydrierung einer Schieferkohle (eigene [illegible] Chem. 22, 73; vgl. auch [illegible], 190) [illegible] Zusammensetzung

Nr. der Probe	Anthraxylon (Glanzkohle) %	Attrit (Mattkohle) durchscheinend %	Attrit (Mattkohle) undurchsichtig %	Faserkohle %	Das Material nicht hydriert %
1	24	37	34	5	61
2	13	52	[illegible]	[illegible]	40
3	3	35	60	2	27
4	17	50	31	2	59
5	9	58	31	2	54
6	8	41	48	3	41
7	8	45	46	1	44
8	13	52	30	5	61

1) Es wird angenommen, daß alles unter den [illegible] gesamten Faserkohle hydriert wurde.

ergab vergleichsweise niedrigere Ausbeuten, die die Ansicht bestätigten, daß die Schieferkohlen nicht so gut für die Hydrierung geeignet sind, da der charakteristische Bestandteil opake Massen sind. Enthält die Schieferkohle jedoch nur wenig undurchsichtige Massen, so wird auch die Hydrierung leichter werden. Die Ausbeute in Gase, Flüssigkeiten und festem Material betrug 58-67%. Diese Ausbeute ist geringer als sie bei der Hydrierung von Glanzkohlen (bright coal), Sporen, Harzen, durchsichtigen Attrit und Anthraxylon erhalten wurde. Das C/H-Verhältnis der erhaltenen Teere war immer niedriger als das der Ausgangskohle, aber diesem proportional. Das C/H-Verhältnis im benzolunlöslichen Rückstand ist höher als in der Ausgangskohle, aber kleiner als bei dem Rückstand aus der Faserkohlehydrierung. In dem benzolunlöslichen Rückstand finden sich keine Sporen und andere bituminösen Bestandteile; diese sind alle hydriert worden.

Deutsche Forscher stellten im Gegensatz zu amerikanischen fest, daß sich Mattkohle besser als Glanzkohle hydrieren läßt. Da sie jedoch alle durch Abtrennung der Sporen und anderen bituminösen Stoffen solcher Verkohlungsstadien [illegible] Inkohlungsgrades besser für die Hydrierung geeignet sind als ein Material, das viel undurchsichtige Masse, d.h. weit in der Inkohlung vorgeschrittene Substanz, enthält, so ist anzunehmen, daß diese Diskrepanz nur eine Folge der Uneinheitlichkeit der Ausgangsmaterialien für die Kohlegefügebestandteile ist.

Hochdruckversuche
Lu 558

26. 9. 1941. Hl/lr.

Nachtrag zu der Lit.-Zusammenstellung „Untersuchung, Trennung und Hydrierung der Kohlegefügebestandteile" vom 23.9.41.

Hoffmann, Kühlwein (Glückauf 71, 625) geben chemische Analysen einiger geklaubter Gefügebestandteile von Kohlen bestimmter Steingruben, die in folgender Tabelle zusammengestellt sind. Außerdem enthält die Tabelle Teerausbeuten der Gefügebestandteile der Kohlen aus den gleichen Gruben.

Es geht daraus hervor, daß immer nur ein Gefügebestandteil einer Kohle mit einem anderen Gefügebestandteil derselben Kohle verglichen werden darf. Dann enthält in den meisten Fällen der Durit mehr Kohlenstoff und Wasserstoff als der Vitrit, aber weniger Sauerstoff.

Die Teerausbeuten sind durchweg bei der Mattkohle höher als bei der Glanzkohle, was mit dem höheren Gehalt der Durite an Prolitinen zusammenhängt. Außerdem ist die Teerausbeute abhängig von der Körnung.

1 Tabelle.

Grube	[illegible]									
	Ter [illegible]									
	C %	H %	O %	S %	S %	[illegible]	[illegible]	[illegible]	[illegible]	[illegible]
1	82,42	5,28	10,69	1,28	0,50	[illegible]	[illegible]	[illegible]	[illegible]	[illegible]
2	83,77	5,62	8,99	[illegible]	0,67	[illegible]	[illegible]	[illegible]	[illegible]	[illegible]
3	84,55	5,13	8,44	0,99	0,99	[illegible]	[illegible]	[illegible]	[illegible]	[illegible]
4	84,93	5,31	8,38	0,88	0,50	[illegible]	[illegible]	[illegible]	[illegible]	[illegible]
5	85,30	4,95	7,76	1,13	[illegible]	[illegible]	[illegible]	[illegible]	[illegible]	[illegible]
6	85,31	5,47	7,64	[illegible]	0,50	[illegible]	[illegible]	[illegible]	[illegible]	[illegible]
7	85,57	5,28	7,06	1,33	[illegible]	[illegible]	[illegible]	[illegible]	[illegible]	[illegible]
8	86,01	4,99	7,05	[illegible]	[illegible]	[illegible]	[illegible]	[illegible]	[illegible]	[illegible]
9	86,08	[illegible]	7,00	[illegible]	[illegible]	[illegible]	[illegible]	[illegible]	[illegible]	[illegible]
10	87,24	[illegible]	6,28	[illegible]	[illegible]	[illegible]	[illegible]	[illegible]	[illegible]	[illegible]
11	87,28	[illegible]	[illegible]	[illegible]	[illegible]	[illegible]	[illegible]	[illegible]	[illegible]	[illegible]
12	87,97	[illegible]	[illegible]	[illegible]	[illegible]	[illegible]	[illegible]	[illegible]	[illegible]	[illegible]
Mittel	85,54	[illegible]	[illegible]	[illegible]	[illegible]	[illegible]	[illegible]	[illegible]	[illegible]	[illegible]

1) bei 550°C nach [illegible]

2) bei 900°C nach [illegible]

u r i t e													
O %	N %	S %	e H/ 100 g	0,5 mm %	4900 kg/cm² %	0,5 mm %	4900 kg/cm² %						
,85	0,84	0,39	7,68	14,93	16,97	7,23	6,[illegible]	[illegible]	[illegible]	[illegible]	[illegible]	[illegible]	
,93	1,17	0,53	7,46	12,58	12,80	7,10	8,4[illegible]	28,08	[illegible]	[illegible]	[illegible]	[illegible]	
[illegible]	1,21	0,68	7,07	13,31	13,93	8,91	8,08	26,07	27,10	16,76	16,07	[illegible]	
[illegible]	1,17	0,52	7,04	12,69	14,19	6,84	6,17	32,14	26,30	13,09	17,76	[illegible]	
35	1,30	0,45	5,75	12,39	15,15	6,95	7,04	16,53	18,48	[illegible]	[illegible]	[illegible]	
84	1,17	0,71	6,04	13,01	12,60	9,57	9,34	16,1[illegible]	[illegible]	[illegible]	[illegible]	[illegible]	
18	1,29	0,47	6,52	13,96	12,55	[illegible]	[illegible]	[illegible]	[illegible]	[illegible]	[illegible]	[illegible]	
27	1,35	0,39	6,15	11,06	12,63	6,80	[illegible]	[illegible]	[illegible]	[illegible]	[illegible]	[illegible]	
89	0,94	0,49	6,64	[illegible]	12,78	7,08	[illegible]	16,32	[illegible]	[illegible]	[illegible]	[illegible]	
50	1,11	0,49	6,22	12,70	[illegible]	8,60	[illegible]	13,9[illegible]	[illegible]	[illegible]	[illegible]	[illegible]	
-	--	--	--	[illegible]	[illegible]	[illegible]	[illegible]	—	[illegible]	[illegible]	[illegible]	[illegible]	
77	1,12	0,45	6,58	[illegible]	[illegible]	[illegible]	[illegible]	[illegible]	[illegible]	[illegible]	[illegible]	[illegible]	
55	1,15	0,51	6,67										

Min.

TITLE PAGE

5. Über das Verhalten der Gefügebestandteile von Steinkohle bei der Extraktion, Hydrierung, Verkokung, Verschwelung und Oxydation.

The behavior of the structural components of bituminous coal in extraction, hydrogenation, coking, low temperature carbonization and oxydation.

Frame Nos. 606 - 613

Über das Verhalten der Gefügebestandteile von Steinkohle bei der Extraktion, Hydrierung, Verkokung, Verschwelung und Oxydation.

(Auszug aus einigen früheren Arbeiten aus dem K.W.I. für Kohlenforschung in Mülheim-Ruhr)

Zusammenfassung:

1.) Die Mattkohle aus einer Ruhrfettkohle gibt bei der drucklosen Extraktion mit verschiedenen Lösungsmitteln 60-70 % der Extraktmenge, die aus der Glanzkohle derselben Kohle extrahierbar ist. Bei der Benzoldruckextraktion sind die Unterschiede geringer (90 %).

2.) Bei der Hydrierung unter sehr milden Bedingungen (215°C, 100 atm H_2) wurde Mattkohle zu 10 %, Glanzkohle zu 15,8 % in benzollösliche Produkte übergeführt.

3.) Mattkohle hat ein sehr geringes, Glanzkohle ein sehr starkes Blähvermögen. Durch Zusatz von Mattkohle zur Glanzkohle wird das Blähvermögen wesentlich stärker herabgesetzt als der Mischungsregel entspricht.

4.) Das verschiedene Verhalten von Glanz- und Mattkohle bei der Verkokung und Verschwelung wird im wesentlichen durch die unlösliche Restkohle bestimmt, während das lösliche Bitumen von Glanz- und Mattkohle ähnliche Verkokungseigenschaften bewirkt.

5.) Glanzkohle wird schneller oxydiert als Mattkohle, und sie nimmt auch mehr Sauerstoff auf als Mattkohle.

19219.

Die meisten Versuche wurden mit einer Ruhrfettkohle der Zeche Matthias Stinnes ausgeführt, die folgende Zusammensetzung hatte:

Elementaranalyse:	Analyse Mülheim	Zum Vergleich Stinnes-Kohle K 1068 Analysen Lu	
% Flüchtige	–	29,16	29,91
% C	85,84	87,70	87,12
% H	4,63	5,16	5,29
% O	7,93	3,80	4,85
% N	–	2,33	1,81
% S	–	1,03	0,93

1.) Extraktion.[1)]

Für die Extraktion wurden die Kohleproben jeweils in einer Vakuumkugelmühle μ-fein gemahlen und beim Siedepunkt der Lösungsmittel extrahiert.

Extraktion der Gefügebestandteile.

Aus Ruhrfettkohle von Zeche Mathias Stinnes wurden Proben der Gefügebestandteile von Hand ausgeklaubt. Die petrographische Zusammensetzung der drei Proben ist in folgender Tabelle zusammengestellt:

Probe	Glanzkohle %	Mattkohle %	Faserkohle %	Berge %
Glanzkohle	92	4	2,5	1,5
Mattkohle	18	80	2	–
Faserkohle	15	3	73	9

Die zur μ-Feinheit gemahlenen Gefügebestandteile ergaben bei der Extraktion mit verschiedenen Lösungsmitteln folgende Werte:

Mittel 31 Vol.%.

Extraktion der Gefügebestandteile.

Aus Ruhrfettkohle von Zeche Mathias Stinnes wurden Proben der Gefügebestandteile von Hand ausgeklaubt. Die petrographische Zusammensetzung der drei Proben ist in folgender Tabelle zusammengestellt:

Probe	Glanzkohle %	Mattkohle %	Faserkohle %	Berge %
Glanzkohle	92	4	2,5	1,5
Mattkohle	18	80	2	-
Faserkohle	15	3	73	9

Die zur µ-Feinheit gemahlenen Gefügebestandteile ergaben bei der Extraktion mit verschiedenen Lösungsmitteln folgende Werte:

Lösungsmittel	Streifenkohle	Glanzkohle	Mattkohle	Faserkohle
1) Trichloräthylen	10,6	12,1	7,5	2,9
2) Benzol	8,1	8,2	4,8	2,5
3) Benzol unter Druck	6,9	9,3	8,6	-
4) Schwefelkohlenstoff	7,5	9,0	6,3	3,2
5) Benzol nach 4.	2,0	0,3	-	1,4
6) Summe von 4.u.5.	9,5	9,3	6,3	4,6

Diese Zahlen lassen erkennen, dass die Extraktausbeuten unabhängig vom Lösungsmittel von der Glanzkohle über die Mattkohle zur Faserkohle abnehmen.

2) Hydrierung.[2)]

Die µ-fein gemahlenen Kohlenproben wurden in Gegenwart eines Molybdänkontaktes in Benzol suspendiert in einem Schüttelautoklaven unter Wasserstoffdruck auf Temperaturen unterhalb des Zersetzungspunktes der Kohle erhitzt. Das Reaktionsgemisch wurde dann unter Normaldruck mit Benzol extrahiert. Es gelingt auf diese Weise, bei genügend langer Hydrierdauer bei Temperaturen zwischen 200 bis 285°C die Steinkohle zum größten Teil in benzollösliche Produkte überzuführen.

Glanzkohle und Mattkohle (aus der Stinneskohle ausgeklaubt) wurden in dieser Weise der Hydrierung unterworfen, und zwar je 96 Stunden bei 215°C und 180 at Wasserstoffdruck. Aus der Glanzkohle wurden unter diesen Bedingungen 15,8 %, aus der Mattkohle nur 10,0 % Extrakt erhalten.

3.) Verkokung und Verschwelung[3)].

Der Einfluss des Mischungsverhältnisses von Glanz- und Mattkohle auf das Blähvermögen der Kohle bei der Verkokung geht aus folgenden Zahlen hervor.

Kohle	Mischungsverhältnis % Glanz	% Matt	Blähgrad nach Lambris gef.	Blähgrad berechnet	Faktor f= Abweichung v.d. Mischungsregel
Zeche Mathias Stinnes µ - Kohle	-	100	1,8	-	-
	50	50	2,0	5,5	0,36
	60	40	4,5	11,0	0,41
	65	35	4,2	11,9	0,38
	70	30	6,5	12,8	0,51
	75	25	9,0	13,4	0,68
	80	20	9,2	13,6	,72
	85	15	11,0	14,7	,75
	100		17,2		

Sämtliche Blähgrade von Mischungen aus Glanz- und Mattkohle liegen stark unterhalb der Werte, die der Mischungsregel entsprechen, und die in den Schaubildern auf den eingezeichneten Geraden liegen müssten. Die Abweichung von der Mischungsregel ist bei etwa gleichen Teilen Glanz- und Mattkohle am größten. Man sieht auch, dass die in der ersten Mitteilung über µ-Kohlen beobachtete Mischungsregel µ-fein gemahlener Glanz- und Mattkohle

3.1 Verkokung und Verschwelung

Der Einfluss des Mischungsverhältnisses von Gas- und Magerkohle auf das Klebevermögen der Kohle bei der Verkokung geht aus folgendem Zahlen hervor.

Z o k i s	Mischungsverhältnis % Gas	% Mett	Klebegrad nach Lockrie ref.	Klebegrad berechnet	Faktor f. Abweichung v. d. Mischungsregel
Zeche Matthias Stinnes	-	100	1,0	-	-
µ - Kohle	50	50	2,0	1,5	1,3
	60	40	4,	1,4	2,8
	65	35	4,	1,4	2,8
	70	30	4,	1,	4,
	75	25	4,	1,4	2,8
	80	20	4,	1,	4,
	85	15	4,0	1,4	2,8
	100	-	4,		

Sämtliche Klebgrade von Mischungen von Gas- und Magerkohle liegen stark unterhalb der Werte, die aus Mischungsregel errechnet und die in den Schaubildern auf an eingezeichneten Geraden liegen müssen. Die Abweichung von der Mischungsregel ist bei etwa gleichen Teilen Gas- und Mattkohle am grössten. Es zeigt auch, dass die der ersten Mischung über µ-Kohlen beobachtete Erscheinung, die µ - fein gemahlene Streifenkohle weniger klebt als grob mahlen bei der Fettkohle der Zeche Matthias Stinnes deutlich vorhanden ist, bei einer anderen Fettkohle (Zeche Westfalen) dagegen nicht auftritt. Die Abweichung von der Mischungsregel lässt sich durch einen Faktor ausdrücken :

$$f = \frac{Y \text{ gefunden}}{Y \text{ berechnet}}$$

Hierin bedeutet Y gefunden das bei der Lackrie-Probe gefundene Kokevolumen und Y berechnet das nach der Mischungsregel berechnete Kokevolumen $Y_{ber.} = \frac{aY_{Gang} + bY_{Matt}}{100}$, wobei a und b den Prozentanteil der Mischung ausdrückt. Die Tatsache, dass schon ein geringer Zusatz von Mattkohle das Klebevermögen stärker herabsetzt als der Mischungsregel entspricht, findet ihren Ausdruck darin, dass f stets kleiner als 1 ist.

aus folgenden Zahlen hervor.

Kohle	Mischungsverhältnis % Glanz	% Matt	Blähgrad nach Lambris gef.	Blähgrad berechnet	Faktor f= Abweichung v.d.Mischungsregel
Zeche Mathias Stinnes	-	100	1,8	-	-
M - Kohle	50	50	3,0	9,5	0,32
	60	40	4,5	11,0	0,41
	65	35	4,5	11,9	0,38
	70	30	6,5	12,6	0,52
	75	25	9,0	13,4	0,68
	80	20	9,5	14,2	0,73
	85	15	11,0	14,9	0,[illegible]
	100	-	12,2		

Sämtliche Blähgrade von Mischungen aus Glanz- und Mattkohle liegen stark unterhalb der Werte, die der Mischungsregel entsprechen, und die in den Schaubildern auf den eingezeichneten Geraden liegen müssten. Die Abweichung von der Mischungsregel ist bei etwa gleichen Teilen Glanz- und Mattkohle am grössten. Man sieht auch, dass die in der ersten Mitteilung über M-Kohlen beobachtete Erscheinung, dass M- fein gemahlene Streifenkohle weniger bläht als grobkörnige bei der Fettkohle der Zeche Mathias Stinnes deutlich vorhanden ist, bei einer anderen Fettkohle (Zeche Westfalen) dagegen nicht auftritt. Die Abweichung von der Mischungsregel lässt sich durch einen Faktor ausdrücken :

$$f = \frac{V \text{ gefunden}}{V \text{ berechnet}}$$

Hierin bedeutet V gefunden das bei der L a m b r i s grobe gefundene Koksvolumen und V berechnet das nach der Mischungsregel berechnete Koksvolumen $V_{ber.} = \frac{aV \text{ Glanz} + bV \text{ Matt}}{100}$, wobei a und b den Prozentanteil der Mischung ausdrückt. Die Tatsache, dass schon ein geringer Zusatz von Mattkohle das Blähvermögen stärker herabsetzt als der Mischungsregel entspricht, findet ihren Ausdruck darin, dass f stets kleiner als 1 ist.

Diese Erscheinung hat Ähnlichkeit mit der Schmelzpunkterniedrigung, die bei Mischungen zweier Substanzen im allgemeinen eintritt. Die Verminderung des Blähvermögens dürfte darauf beruhen, dass in dem Temperaturgebiet, in dem bei reiner Glanzkohle die geblähte Schmelze erstarrt, ein Glanz-Mattkohlengemisch noch so weich ist, dass die Gasblasen platzen und infolgedessen ein weniger geblähter Koks gebildet wird.

Wird der Kohle das Bitumen durch Extraktion entzogen, so nimmt der Blähgrad der Kohle wie folgt ab:

Blähgrade von benzolextrahierter Fettkohle.

Extrahiertes Bitumen in Gew.% der Kohle	Koksvolumen d. extrahierten Kohle nach Lambris in ccm	Extrahiertes Bitumen in Gew. Proz. der Kohle	Koksvolumen d. extrahierten Kohle nach Lambris in ccm
0	10,9	9,5	9,3
1,6	9,9	5,3	4,8
2,6	9,1	6,8	4,2
3,9	7,1	7,5	2,1
4,0	6,1	7,8	2,0
		8,5	1,5

Reine Glanzkohle verhält sich bei der Durchführung solcher Versuchsreihen ganz ähnlich wie Streifenkohle. Bei Mattkohle macht sich ein Nachlassen der Backfähigkeit erst stark bemerkbar, wenn mehr als etwa 3 % Bitumen extrahiert sind.

Wird der vollständig extrahierten Kohle das Bitumen wieder zugesetzt, so wird das Back- und Blähvermögen der Kohle wieder hergestellt.

- 0 -

Art der Kohle	Koksvolumen in ccm nach L a m b r i s Zeche Stinnes	Zeche Westfalen
Nicht extrahierte Glanzkohle	12,8	15,7
Nicht extrahierte Mattkohle	1,8	2,5
Extrahierte Glanzkohle + Bitumen aus Glanzkohle	12,4	14,2
Extrahierte Glanzkohle + Bitumen aus Mattkohle	9,1	11,6
Extrahierte Mattkohle + Bitumen aus Glanzkohle	2,0	1,7
Extrahierte Mattkohle + Bitumen aus Mattkohle	2,0	2,4

Art der Kohle	Koksvolumen in ccm nach Lambris	
	Zeche Stinnes	Zeche Westfalen
Nicht extrahierte Glanzkohle	12,8	15,7
Nicht extrahierte Mattkohle	1,8	2,5
Extrahierte Glanzkohle + Bitumen aus Glanzkohle	12,4	14,2
Extrahierte Glanzkohle + Bitumen aus Mattkohle	9,1	11,6
Extrahierte Mattkohle + Bitumen aus Glanzkohle	2,0	1,7
Extrahierte Mattkohle + Bitumen aus Mattkohle	2,0	2,4

Die Bitumina aus Glanzkohle bewirkt etwas stärkeres Blähvermögen als Bitumen aus Mattkohle. Die Verkokungseigenschaften werden aber im wesentlichen durch die Eigenschaften der unlöslichen Restkohle bestimmt.

4) Oxydation.[4]

Zur Orientierung darüber, wie gross die Unterschiede in der Oxydierbarkeit verschiedener Gefügebestandteile einer Kohle sein können, wurden die folgenden Versuche mit ausgeklaubter Glanz- und Mattkohle der Zeche Mathias Stinnes ausgeführt.

Je 7 Glanz- und Mattkohle, die in der Vakuumkugelmühle gemahlen und wie alle in dieser Arbeit verwendeten Kohlenproben zum Schutze gegen Oxydation oder sonstige Veränderung an der Luft in Glasflaschen mit gut eingeschliffenen Glasstopfen aufbewahrt worden waren, wurden in einer Kristallisierschale im elektrischen Trockenschrank bei 110° an der Luft oxydiert. Im Laufe von sechs Wochen wurde alle zwei bis drei Tage das Gewicht der Kohlen auf der analytischen Wage bestimmt, und fünfmal wurden Proben von etwa 0,7 g zur Bestimmung der Heizwerte entnommen. Die Ergebnisse sind in den folgenden Zahlentafeln wiedergegeben.

Heizwerte oxydierter Glanzkohle und Mattkohle, bezogen auf ursprüngliche (nicht oxydierte) Kohle.

Oxydationsdauer bei 110° in Tagen	α - Glanzkohle Heizwert in WE/g	α - Glanzkohle %	α - Mattkohle Heizwert in WE/g	α - Mattkohle %
0	8437	100,0	8300	100,0
1,6	7775	92,0	7905	93,5
13,3	6870	81,5	7110	85,9
22,3	6740	79,8	6905	83,3
42,0	6650	78,9	6910	83,2

Gewichtszunahme der Gefügebestandteile während der Oxydation im Trockenschrank bezogen auf nicht oxydierte Kohle.

Oxydationsdauer in Tagen	Gewichtszunahme in % bei α - Glanzkohle	α - Mattkohle
0 x)	0,00	0,00
0,6	1,40	0,80
1	1,60	1,20
1,6 x)	2,30	1,80
2,3	2,70	2,10
4,4	4,20	3,30
8,4	5,20	4,00
11,3	5,85	4,70
13,3 x)	5,70	4,92
15,3	6,10	5,02
17,3	6,10	4,97
20,3	6,20	5,10
22,3 x)	6,40	5,25
24,0	6,90	5,80
27,0	6,80	5,70
30,2	6,80	5,80
42,0 x)	7,20	6,05

x) Nach diesen Zeitabschnitten wurden Heizwertbestimmungen ausgeführt.

Man sieht aus diesen Zahlen, dass beide untersuchten Gefügebestandteile an der Luft bei 110° ebenso wie die oben erwähnte Streifenkohle beträchtliche Mengen Sauerstoff aufnehmen. Dabei erfahren die Kohlen starke Gewichtszunahmen, die nach 4 Tagen etwa 3 bis 4 Gew.- %, nach 40 Tagen etwa 6-7 % betragen. In Übereinstimmung mit älteren Beobachtungen an englischen Kohlen zeigte sich, dass Glanzkohle schneller und mehr Sauerstoff aufnimmt als Mattkohle.

Entsprechend der starken Gewichtsvermehrung sinkt bei der Oxydation der Heizwert der Gefügebestandteile. Der Abfall des Heizwertes, bezogen auf den Heizwert der ursprünglichen, nicht oxydierten Kohle, erreicht bei Glanzkohle in 42 Tagen 21 %, bei Mattkohle 17 %. Während der ganzen Versuchsdauer ist der Wert des in % ausgedrückten Heizwertverlustes immer etwa zwei- bis dreimal so gross wie die prozentuale Gewichtszunahme der Kohle. Die in Heizwertabnahme und Gewichtszunahme zum Ausdruck kommende Oxydation geht zu Beginn schneller vor sich als im weiteren Verlauf. Sie ist auch nach Wochen noch nicht beendet.

---

1) Brennstoffchemie 13, S.364-370 (1932)
2) Brennstoffchemie 14, S.181-184 (1933)
3) Brennstoffchemie 14, S.445-450 (1933)
4) Angewandte Chemie 46, 498 (1933)

TITLE PAGE

6. Protokoll über den Besuch Prof. Stach am 29.9.41 mit zusammenfassenden Bericht über die Besprechung.
Protocol on the visit by Prof. Stach at Ludwigshafen on 29 September 1941 and summary of the conference.

Frame Nos. 614 - 619

Hochdruckversuche
Lu 558

29.9.1941. Wi/Pf.

Protokoll über den Besuch Prof. Stach am 29.9.41.

Anwesend: H. Prof. Stach, Reichsstelle für Bodenforschung, Berlin
H. Dr. Pier — H. Dr. Fromherz
Frl. Dr. Höring — " v. Müffling
H. Dr. Boente — " Bank
" Lemme — " v. Hartmann
" Donath — " Grassl
" Schiffmann — " v. Funer
" Meier — " Peters
" Nonnenmacher — Frl. Dr. Henkelm
" Pfirrmann — H. Dr. Kremser (Oberschles.)

Nach einigen einleitenden Worten H. Dr. Piers gab Prof. Stach einige Erläuterungen zu den Eigenschaften der Kohlen. Die Eigenschaften der Kohlen sind abhängig vom Inkohlungsgrad. Mit wachsendem Mattkohlengehalt steigt der Gehalt an flüchtigen Bestandteilen, was allerdings nur für Kohlen gilt, die über den Fettkohlen liegen. Prof. Stach ist der Meinung, daß es mit Rücksicht auf die Hydrierbarkeit der Kohle eine obere und untere Grenze im Gehalt an flüchtigen Bestandteilen gibt. Kohlen, die weniger als 28 % Flüchtige enthalten, sollten nicht mehr gut hydrierbar sein. H. Dr. Pier und H. Dr. Donath erklären, daß dies nicht in so ausgesprochenem Maße der Fall ist. Entgegen der Anschauung von Prof. Stach lassen sich Kohlen mit geringerem Gehalt als 35 % Flüchtige noch hydrieren. Kohlen mit 35 % Flüchtigen sind allerdings am besten geeignet, außerdem ist es eine Kostenfrage. Prof. Stach fügt noch hinzu, daß Fettkohlen, die ca. 20 % Flüchtige enthalten und bei denen die Sporen vielleicht durch explosionsartige Zerstörung der Bitumenträger schlecht ausgebildet sind, für die Hydrierung nicht so gut geeignet waren. Herr Dr. Pier weist darauf hin, daß es uns nicht an Hydrierkohlen fehlt und erkundigt sich nach dem Unterschied zwischen Saar-, Ruhr- und schlesischen Kohlen. Prof. Stach bedauert, daß die petrographischen Unterschiede nicht genügend geklärt sind, um diese Frage zu beantworten. An der Saar findet sich eine sehr
Darunter können sich die
Verhältnisse auch umkehren.

19300i

Grund dieser Kartei wäre es möglich, einen guten Überblick zu erhalten und von vornherein gewisse Flöze mit Sicherheit auf die Hydrierung auszuscheiden. Diese Flöze dürften dann nicht mit der Hydrierkohle vermischt werden. Wie weit der Gedanken differenziert darauf eingehen würde, bleibt dahingestellt. Dr. Dr. Fischer weist darauf hin, daß der Begriff Hydrierung sehr weit zu fassen sei, es fallen darunter neben Benzin, Teerölen, Diesel usw. auch die Extrakte, die man durch Entgasen der Kohle zur Kaltbriketterzeugung erhält. Hier ergibt sich die Schwierigkeit, daß die in der Kohle enthaltene Asche sich nachher nicht ohne weiteres aus dem Extrakt entfernen läßt. Vielleicht könnte da der Petrographie gelingen, hier durch Herausfischen geeigneter Kohlen unter Berücksichtigung der Verteilung der Asche Abhilfe zu schaffen. Prof. Stach glaubt, daß das möglich sei. Dr. Dr. [illegible] verschiebt die Besprechung.)

Dr. Prof. Stach erwähnt eine [illegible] für die Hydrierung am geeignetsten und [illegible] herausziehen sind. Dr. Bonath sagt, die [illegible] bei der Fettkohle, aber auch Fettkohle [illegible] besonders geeignet sind nach Dr. Dr. Peters [illegible] Flöz Zimmerich und Fassnht. In der Diskussion wird [illegible] auf die gestrichene Forderung der Flöze [illegible] Dr. Kressner vor, Kohlen bis zu [illegible] Verkokung zu schicken und [illegible] darunter [illegible] H. Dr. v. Hartmann stellt fest, daß die Hilfe der [illegible] Vielmehr sei bisher nicht möglich war [illegible] keit der Kohle zu ziehen. Prof. Stach meint, daß diese Grenze nicht auf Grund petrographischer [illegible] festgestellt werden. Der Gehalt an flüchtigen Bestandteilen [illegible] gehalt bei gleichem Inkohlungsgrad.

Die Entwicklung in der elektrischen [illegible] ging nach Angaben von Dr. Peters von [illegible] Prof. Stach spricht über ein Verfahren zur Sterilisierung der Kokselektroden unter Anwendung [illegible] bei gleichzeitig Entnahme durch [illegible] teile eintritt. Für die Beratung der [illegible] arme anthrazitische Kohlenarten in Frage [illegible]

nur 0,5 % Asche, die nur aus Eisen bestehen dürfte. A[illegible] in dieser Richtung könnten von Prof. Stach Untersuchungen angestellt werden.

H. Dr. Lemm erwähnt eine [illegible] Methode zur Trennung von Matt- und Glanzkohle. Die [illegible] des elastischen Schlags ist nach Prof. Stach [illegible] die einzige technische Methode, führt jedoch nicht zum Erfolg und ist daher in Anbetracht der geringen [illegible] wahrscheinlichen Kosten spielig. Eine gute Methode zur Entfernung der Asche ist die Säurebehandlung der Kohle oder die Extraktion der Kohle, das aber wieder unseren Verfahren zur Asche/Überlastung [illegible] Kohlennahe kommt. Prof. Stach erwähnt [illegible] noch vorhandenen Bestandteilen in der Kohle Sauerstoffgehalt und Asche. H. Dr. [illegible] und H. Dr. v. Hartmann bemerken, daß [illegible] etwaige Schwierigkeiten, die durch den O_2-Gehalt der Kohle bei [illegible] bedingungen behoben lassen. Prof. Stach erklärt, daß [illegible] Hydrierung entaschte Kohle meist Kokskohle verwendet wird. H. Dr. v. Hartmann bemerkt, daß eine Entaschung [illegible] und darum auch Kohle mit [illegible] % Asche hydriert wird.

Es kommt die Sprache auf den Grund [illegible] Prof. Stach erklärt, daß [illegible] den Bituminkörpern gebunden enthalten. Dr. Peters weist darauf hin, daß die Gasausbeute aller Kohle auch abhängig ist von der Porosität der Kohle. Der großen Vielzahl an Braunkohle [illegible] kohle ist [illegible] die Entgasung besser. Erklärt Prof. [illegible] Oberschlesischer Kohle und Ruhrkohle sind [illegible] zwischen [illegible] Saarkohle ist eine reine Gasgasflammkohle, [illegible] stand. Ist Dr. [illegible] weist auf den [illegible] Ruhrkohle hin. Prof. Stach erklärt [illegible] Schwefel- und Phosphorgehalt [illegible] Aufbereitung [illegible] Kohle [illegible] nimmt zur Kenntnis, daß [illegible] störend ist. H. Dr. v. Hartmann erklärt, daß der [illegible] Kohlen sehr unerwünscht ist, [illegible] macht. Die [illegible] Al-Oxyde [illegible] nicht.

H. Dr. Fier bittet wieder [illegible] Prof. Stach fort [illegible].

Für die Hydrierung geeignete Kohlen sind die [illegible] und Flammkohlen, letztere allerdings etwas [illegible]. Als störender Bestandteil tritt [illegible] auf. Die Wissenschaft ist in der Lage, über die Verteilung der Asche [illegible] Bestandteilen [illegible] Auch die Kohle entaschen [illegible] Analyse der Verfahrensstufen eine [illegible] in der Auswahl der Hydrierkohlen [illegible] Überschlächter [illegible] Herstellung von Schliffpräparaten [illegible] Mischung als [illegible] bei 25-facher Vergrößerung [illegible] Diskrepanz zwischen Stein- und Kohlewerte betreffend [illegible] von Matt- und Glanzkohle [illegible] Prof. Stach [illegible] H. Dr. Fier darum gebeten hat, [illegible] zu veröffentlichen, was H. Prof. Stach verspricht.

H. Prof. Stach beschäftigt sich [illegible] fertigen Kohlenmischungen, [illegible] wertvolle Hinweise zur [illegible] Kontrastreicher Schliffe. [illegible] Kohlen [illegible] Prof. Stach die Mischungsverhältnisse [illegible].

(H. Dr. Fier [illegible] wieder [illegible]

Prof. Steu: [illegible]

Für die Sphärit- [illegible] und Glanzkohlen, letztere [illegible] stärkender Gesteinsit [illegible] lage. Über die Verteilung der [illegible] Gefügebestandteilen [illegible] sich die Kohle erzeugen [illegible] Analyse der Gefügebestandteile [illegible] Auswahl der Hydrierkohlen. [illegible] Gleichlufter [illegible] Herstellung von Schüttkörpern [illegible] bestehen Zusammenhang zwischen [illegible] Zahl ZCO-Fuchner Vergrößerung [illegible] Widersprüche zwischen Glanz und [illegible] Matt- und Glanzkohle [illegible] H. Dr. Fier [illegible] veröffentlichen, was H. Prof. [illegible]

H. Prof. Steu: [illegible] Fertigten Kohlenreliefkarte [illegible] und gab wertvolle Hinweise [illegible] Kontinentalrelief [illegible] Stand die Kleinigkeiten [illegible]

Hochdruckversuche
Lu 558

140

Zusammenfassender Bericht über die Besprechung anläßlich des Besuches von Prof. Stach am 27.1.41

Prof. Stach gab kurze Erläuterungen über sein Arbeitsgebiet auf Grund derer er Hinweise geben konnte, wie er seine Erfahrungen auf dem Gebiet der Kohlepetrographie für die Kohlehydrierung evtl. einsetzen kann.

Als erstrebenswertes Ziel deutete auch Prof. Stach die Anlegung einer sogen. Flözkartei. Diese Kartei soll für jedes Flöz Angaben über die petrographische Zusammensetzung, Art und Verteilung der Asche, weitere in diesem Zusammenhang interessierende geologische Gesichtspunkte sowie chemische Elementaranalyse und technische Verwendungsmöglichkeiten der Kohle enthalten. Diese Kartei soll einen Überblick geben, welche Kohlen für die hydrierende Verarbeitung und Schwelung geeignet sind und welche Flöze von vornherein ausscheiden. Hierbei bleibt es fraglich, ob das Bergamt imstande ist, die jeweils für geeignet befundenen Flöze in genügender Reinheit und Menge zu liefern.

Auch bei der Untersuchung der Kohlenextrakte glaubte Prof. Stach durch seine Untersuchungen mitteilen zu können.

Prof. Stach gab zuletzt noch einige wertvolle Hinweise über neuere Methoden zur Anfertigung besonders guter Kontrastreicher Kohlenreliefschliffe, die wir schon mit Gutem nach der neuen Methode ausführen.

TITLE PAGE

XII. Reports and papers on various hydrogenation topics from files of Dr. Hupfer (Ludwigshafen).

Note: Other material from this collection will also be found in Reel No. LF-27, frames 1 - 373 and 403 - 538

TITLE PAGE

XII. Reports and papers on various hydrogenation topics from files of Dr. Hupfer (Ludwigshafen).

Note: Other material from this collection will also be found in Reel No. LF-27, frames 1 - 379 and 403 - 538

TITLE PAGE

High-pressure ovens:

1. Versuche von Bergius in liegenden Öfen.
Experiments by Bergius in horizontal ovens.

Frame Nos. 620 - 626

H Hupfer

620