

UNTERSUCHSVORSCHRIFTEN

FÜR die KÖPERT-LABORATORIEN ~~am~~

HERMANN GÖRING

METHODS OF TEST

Untersuchungs-  
vorschriften

Untersuchungsvorschriften  
für die Kokerei-Laboratorien der  
Reichswerke "Hermann Göring"

Die Untersuchungsmethoden sind aufgeteilt nach folgenden Sach-  
gebieten:

Allgemeine Untersuchungsmethoden für Brennstoffe

Kohle	1 a -
Braunkohle	1 b -
Koks	2 -
Teer	3 -
Entphenolung	4 -
Ammoniak	5 -
Gasreinigung und Schwefelgewinnung	6 -
Benzolgewinnung	7 a -
Benzolreinigung	7 b -
Cumaronharz	7 c -
Gas	8 -
Treibstoffe und Teerprodukte	9 -

## Allgemeine Untersuchungsmethoden für feste Brennstoffe

### Probenvorbereitung:

Probenahme von Brennstoffe	0 - 01
Probenaufbereitung	0 - 02

### Chemische Prüfverfahren:

Wassergehalt	0 - 03
Aschegehalt	0 - 04
Stickstoff	0 - 05
Gesamtschwefel a nach Eschka	0 - 06a
b d. Verbrennung im Sauerstoffstrom	0 - 06b
c nach dem Vergasungsverfahren	0 - 06
Pyritschwefel	0 - 07
Sulfid- und Sulfatschwefel	0 - 08
Phosphor	0 - 09
Elementaranalyse a nach Liebig	0 - 10
b nach Reihlen - Weinbrenner	0 - 11
Oberer und unterer Heizwert	0 - 12

## Steinkohle

### Steinkohle

A. Chemische Prüfverfahren siehe Sachgebiet o.	
Kochsalzbestimmung in dem der Kohle anhaftenden Wasser	1 - 14
B. Verfahren zur Beurteilung der Verkokungseigenschaften der Kohlen	
Bestimmung der flüchtigen Bestandteile:	
a) im Platin-Tiegel (Bochumer-Methode)	1 - 15a
b) im Quarztiegel	1 - 15b
Standardmethode zur Bestimmung der Backfähigkeitszahl	
nach Kattwinkel	1 - 16a
Bestimmung der Backfähigkeit nach Maurice-Campredon	1 - 16b
Bestimmung der Backfähigkeit nach Dr. Holck-Forschungsstelle	1 - 16c
<del>Bestimmung des Treibdrucks von Steinkohlen nach Koppers</del>	
Bestimmung d. Treibdrucks von Steinkohlen n. Baum-Häuser	1 - 17b
	1 - 18
Bestimmung des Erweichungsverhaltens von Kohlen	
Druckwiderstands-Platizitäts-Kurve	1 - 19
Bestimmung des Entgasungsverlaufes von Kohlen	1 - 20
Bestimmung von Blähgrades von Kohlen	1 - 21
Bestimmung der Gas- und Teerausbeute von Koks-kohlen	
Kleinentgasungsverfahren Gaswerk Dresden - Reick (W. Schroth)	1 - 22
Bestimmung des Ausbringens an Nebenprodukten bei der	1 - 23
Verkokung im elektrischen Destillationsofen nach Koppers	
(Koks, Teer, Gaswasser, $\text{CO}_2$ - $\text{H}_2\text{S}$ , Ammoniak, Benzol	
Gasmenge, Gasanalyse, Heizwert des Gases, Wertzahl.)	
C. Sonstige Untersuchungen von Kohlen	
Schwimm- und Sinkanalyse von Kohlen	1 - 31
Bestimmung der Körnung der Kohle (Siebanalyse)	1 - 32

1 b

Braunkohle

Braunkohle

<u>Probennahme und Aufbereitung der Braunkohlen</u>	<u>1 b - 1</u>
<u>Allgemeines zur Wasserbestimmung von Braunkohlen</u>	<u>1 b - 2</u>
<u>Bestimmung der Gesamtfeuchtigkeit</u>	<u>1 b - 3</u>
<u>Bestimmung des Glührückstandes</u>	<u>1 b - 4</u>
<u>Zusammensetzung der Braunkohle aus Wasser.</u>	
<u>Asche und brennbarer Substanz</u>	<u>1 b - 5</u>

Rehling'sche Eisen- und Stahlwerke GmbH.  
Werklingen-Saar.

"Verfahren zur Erzeugung von Hochofenkoks  
aus mässig brennenden Kohlen niedrigen  
Inkohlungsgrades."

Bekanntlich ergeben einige Saar- und besonders viele oberschlesische Kohlen, sowie auch die Gasflammkohle anderer Kohlenbezirke bei der Verkokung in der normalen Horizontalkammer einen schlecht geflossenen und gebackenen, z.T. sogar nur gefritteten Koks, der bei seiner Verwendung in Hochofen zu Störungen Veranlassung gibt. Diese Kohlen, welche teils als Gaskohlen, teils als Gasflammkohlen, ja sogar als Flammkohlen zu betrachten sind, unterliegen bekanntlich umso mehr dem Oxydationsinflusse, je geringer ihr Inkohlungsgrad und je feiner die vorliegende Korngrösse ist. So büßen beispielsweise Gasflammkohlen besonders niedrigen Inkohlungsgrades im Zustande feiner und besonders feinsten Vermahlung beim Liegen an der Luft schon nach ganz kurzer Zeit, ja sogar bereits bei ihrer Zerkleinerung infolge Oxydation ihre Backfähigkeit so weit ein, dass kaum noch ein gebackener, sondern nur noch ein gefritteter Koks entsteht, der dem Koks aus frischer, weniger fein zerkleinerter Gasflammkohle erheblich zurücksteht. Es ist bekannt, dass von den petrographischen Bestandteilen dieser Kohlen, die meist ausgedehnte Streifenkohlen sind, hauptsächlich der sog. Nitrit, z.T. auch der Quarz, diesem Oxydationsinflusse unterliegen, während der härtere Durit in dieser Hinsicht wohl kaum empfindlich ist.

Beurteilung, Prüfung und Bewertung der physikalischen Beschaffenheit  
von Hochofenkoks.

Die Zahl der die wichtige Frage der Beurteilung, Prüfung und Bewertung von Hochofenkoks behandelnden Veröffentlichungen ist verhältnismässig gross. Die hierbei gebrauchten Verschlüsse haben meist keine für die Praxis zufriedenstellende und rastlose Lösung zur Folge gehabt, da sie teils von falschen Voraussetzungen wegen der Beanspruchung des Kokses im Hochofen ausgingen teils infolge zu weitgehend wissenschaftlichen Aufbau dem rehen Betrieb zu wenig angepasst waren. Abgesehen hiervon sind die Ansichten über den Einfluss der spezifischen physikalischen Eigenschaften des Kokses auf das Verhalten desselben im Hochofen lange Zeit hindurch unklar und stark widersprechend gewesen. Während eine Gruppe von Fachleuten und zwar die Mehrheit derselben das Schwergewicht auf die Koksfestigkeit und die Kokskürzung<sup>1.)</sup> gelegt haben wollten, verlangte eine andere Gruppe weitgehendste Berücksichtigung des Koksgütes<sup>2.)</sup> bzw. der mit diesen zusammenhängenden Eigenschaften. Eine noch andere Gruppe glaubte die Güte des Hochofenkokes durch Feststellung der Zündfähigkeit<sup>3.)</sup>, der Reaktionsfähigkeit oder der Verbrennlichkeit<sup>4.)</sup> genauer kennzeichnen zu können. Sogar innerhalb dieser einzelnen Gruppen gingen die Meinungen oft weit auseinander. Bei der Festlegung der Koksfestigkeit wolle darnach die Sturz-

- 1.) R.A. Mott u. R.V. Wheeler : Coks for Blast Furnaces London 1930. S. 115/116 u. S. 147.
- Y. Hüssler : Die Verbrennlichkeit u. Festigkeit von Hüttenkoks in grösseren Kührungen Bericht Nr. 22 des Kokereiausschusses (17. März 1925) S. 7 u. 8.
- A. Wagner : Die Verhüttung von Kleinstückigen Koks. Bericht Nr. 22 des Kokereiausschusses. (17. März 1925) S. 8/15.
- 2.) H. Hoffmann u. F.L. Kühlwein: Rohstoffliche u. verkehrungstechnische Untersuchungen an Saureblasten. GHSchZf 1935. S. 625/639, 657/65.
- 3.) W. Meiser : Hauselliche Verfahren der Stückerkoks-Prüfung. Bericht Nr. 36 des Kokereiausschusses (17. Okt. 1930) S. 1/14.
- 4.) H. Koppers: Fortschritte auf dem Gebiete der Kokserzeugung, der Einfluss der Koksbeschaffenheit auf den Hochofenbetrieb und Verschlüsse für die Verbesserung des Letzteren. St. u. E. 1921, S. 1173, 1234, 1258.
- G. Agte u. H. Schmitt: Theorie der Reduktionsfähigkeit von Saureblasten -Essy, Halle-1928.-

# Die Bestimmung der Bildsamkeit von Steinkohlen nach der Dilatometermethode

Ihre Bedeutung für die Verbesserung von Koks aus Saar- und lothringischer Kohle

Von Dr.-Ing. H. Hoffmann, Völklingen

## Einleitung

Der Koksbildungsvorgang oder genauer ausgedrückt der Vorgang der Bildung eines geflossenen Kokses von bestimmter Festigkeit läßt sich bekanntlich in zwei Hauptkomponenten oder Stadien zergliedern, und zwar:

1. Das Stadium der plastischen Verkitung oder der Bildsamkeit.

2. Das Stadium der Entgasung.

Das erste Stadium beeinflußt hauptsächlich die Abriebfestigkeit und die Feinstruktur, d. h. den Grad und Charakter der Zellwände und Poren sowie die Stückdichte des Kokses.

Das zweite Stadium bestimmt im wesentlichen die Stückgröße, die Risse und Brüche sowie die Stückfestigkeit des Kokses.

In ihrem Ablauf treten die beiden Stadien zum Teil gleichzeitig auf und wirken gegenseitig aufeinander ein. Daher ist auch der eben genannte spezifische Einfluß jeder einzelnen Komponente auf die Koksbeschaffenheit bedingt nur so zu verstehen, daß die Auswirkungen der einen Komponente auf die Koksbeschaffenheit nur dann auftreten, wenn gewisse Voraussetzungen für den geeigneten Ablauf der anderen Komponente gegeben sind.

Beide Komponenten sind nun, abgesehen von der rohstofftechnischen Seite, stark abhängig von rein physikalischen Bedingungen, wie Erhitzungsgeschwindigkeit, Belastung, Korngröße und Schüttgewicht. Dabei wird unter Belastung die Möglichkeit verstanden, die Kohle beim Erhitzen an der Ausdehnung entweder ganz oder teilweise zu hindern.

Die wichtigsten Aufgaben der Verbesserung des Hochofenkokes sowie der Verbreiterung der Koks kohlengrundlage sind nur auf Grund der Erfassung und Kenntnis des Ablaufes und der Auswirkungen der beiden Hauptkomponenten der Koksbildung einer endgültigen Lösung näher zu führen. In der Erkenntnis, daß die schwierigen Probleme der Koksverbesserung und der Verbreiterung der Koks kohlengrundlage an der Saar- und in Lothringen nicht auf rein empirischem Wege zu lösen sind, ist der Verfasser schon seit Jahren zum genaueren Studium der beiden Hauptkomponenten der Koksbildung übergegangen. Da der erste Teil dieses Versuchsprogrammes, das Studium der plastischen Verkitung, wenigstens in Hinsicht der Saarkohle, abgeschlossen ist, soll im folgenden über einen kleinen Ausschnitt aus den Ergebnissen berichtet werden. Bei den Versuchen wurden nicht nur Kohlen aus dem Saar- und Lothringen-Revier, sondern auch solche aus den wichtigsten Bezirken Großbritanniens, Belgiens und Frankreichs herangezogen. Trotz des oft stark abweichenden Charakters dieser Kohlen von denen des Saar- und Lothringen-Reviers haben die hierbei erzielten Ergebnisse die für Saarkohlen gewonnenen grundsätzlichen Erkenntnisse bestätigt, wenn auch die zur Lösung der Koksverbesserungsprobleme in den einzelnen Kohlenbezirken einschlagenden Wege verschieden sind und daher eines besonderen zusätzlichen Studiums bedürfen.

## Verfahren zur Bestimmung der Eignung von Kohlen zur Verkokung

Der Temperaturbereich der plastischen Verkitung liegt zwischen etwa 350° und 500° und wird im Horizontal-kammerkoksöfen mit einer durchschnittlichen Erhitzungsgeschwindigkeit von etwa 1° bis 3°/min durchschritten. Die Bestimmung der Bildsamkeit bezweckt, die in dieser Zone auftretenden Vorgänge laboratoriumsmäßig zu erfassen und ihre Auswirkungen auf die Koksbildung und die Koks eigenschaften messend zu verfolgen. Die Bildsamkeitsmessung unterscheidet sich demnach wesentlich von anderen gebräuchlichen Verfahren zur Beurteilung des Verhaltens einer Kohle für ihren Einsatz in den Koksöfen.

## Tiegelprobe

Die einfachste Methode dieser Art ist die sogen. Tiegelprobe, die außer der Bestimmung der flüchtigen Bestandteile eine Beurteilung der Beschaffenheit des Verkokungsrickstandes gestattet. Streng genommen werden durch dieses Verfahren nur zwei wichtige Kohleneigenschaften erfaßt, nämlich das Agglomerier- und das Blähvermögen. Infolge der ungehinderten freien Ausdehnung der Kohle und der Anwendung viel zu hoher Erhitzungsgeschwindigkeiten weicht dieses Verfahren zu sehr von den im praktischen Betrieb vorliegenden Verhältnissen ab, weshalb Schlüsse aus diesem Befund nur bedingten Wert haben.

## Backfähigkeitzahl

Bei anderen vielfach verbreiteten Verfahren wird die sogen. Backfähigkeitzahl gemessen. Unter bewußtem Verzicht auf die wirklichen Verhältnisse im Betrieb wird der indirekte Weg gewählt, indem die Kraft gemessen wird, mit der die zu untersuchende Kohle beim Erhitzen eine inerte Substanz zu verkiten vermag. Wenn auch diese Verfahren den Vorteil einer verhältnismäßig breiten Backfähigkeitsskala aufweisen, so geben sie doch nur über eine für die Verkokungsneigung der Kohle wichtige Eigenschaft, nämlich das Bindevermögen, Auskunft. Ihr Versagen kommt besonders klar bei der Prüfung von pflanzenrestrichen Mattkohlen und harzreichen Glanzkohlen zum Ausdruck. Die Annahme, daß die Koksbildung ein einfaches, rein äußerliches Verkiten von beispielsweise 90% Kohlensubstanz durch eine relativ geringe Menge an Bindemittel sei, ist irreführend und kann die zellenförmige Natur des geflossenen Kokses, seine wichtigste und am meisten ins Auge fallende Eigenschaft, nicht erklären. Wie die Ergebnisse von Extraktionsversuchen beweisen, steht im übrigen nicht nur die Menge und Art der Extrakte in Beziehung zur Koksqualität, sondern insbesondere auch die Beschaffenheit des Rückstandes, also jenes Teiles der Kohle, der in den gebräuchlichsten Lösungsmitteln nicht löslich ist.

## Treibdruck

Mit Rücksicht darauf, daß die Tiegelprobe und besonders auch die Backfähigkeitzahl keine sicheren Rückschlüsse auf die Verkokbarkeit einer Kohle zu