

3a

2. ~~Zwecksetzung~~ Trennung der Gasalkohlenwasserstoffe durch Destillation in der Feinfraktionierkollonne des B.V.

Eine weitere Trennung der Gasalkohlenwasserstoffe ist die Destillation in der Feinfraktionierkollonne des BV, einer abgeänderten und vereinfachten Form der Destillationskollonne nach Podbielniak.

Prinzip: Eine gemessene Menge des gasförmigen Gasols wird mittels flüssiger Luft in einem kleinen Glasdestillationskölbchen kondensiert und hierauf in einer hohen Kollonne unter Zwischenschaltung eines mit flüssiger Luftdauernd gekühlten Dephlegmators genau wie eine Tieftemperatursiedeanalyse destilliert. Die Inerte und die Fraktionen der C_1 und C_2 -Kohlenwasserstoffe gehen zwischen -150 und $-50^\circ C$, die Fraktion der C_3 -K.W. zwischen -50 - $-20^\circ C$ und die der C_4 -K.W. zwischen -20 bis $+2,5^\circ C$ über.

Apparatur: Die Versuchsanordnung ist aus beigefügter Skizze ersichtlich. Die genaue Einhaltung der Siedegrenzen wird durch 2 Thermolemente überwacht, welche die Destillations- und Dephlegmator-Temperatur messen.

Durchführung der Trennung: Nach Anschluss der Probeflasche an das Destillationskölbchen evakuiert man die gesamte Apparatur mittels einer Vakuumpumpe und kondensiert unmittelbar das Gasol aus der auf den Kopf stehenden Probeflasche in dem mit flüssiger Luft gefüllten Destillationskölbchen. Innerhalb weniger Minuten ist das Kölbchen mit 15-20 g Flüssiggas gefüllt.

Die Zuleitung zum Destillationskölbchen wird nun abgesperrt die Versuchsflasche abgenommen und durch Zurückwägen die angewandte Gasmenge ermittelt. Nun ersetzt man das mit flüssiger Luft gefüllte Dewardgefäß durch ein zweites Dewardgefäß, das mit einer Heizspirale versehen ist, heizt langsam in der gleichen Weise wie bei der Tieftemperatursiedeanalyse an und regelt dem Destillationsverlauf entsprechend die Heizstromstärke ein. Die Auffangvorlage der ersten Fraktion wird erst bei ausgeglichenem Druck geöffnet.

Nach beendeter Rektifizierung kühlt man das Destillationskölbchen zur Kondensation der über $+2,5^\circ$ siedenden Bestandteile mittels Alkohol und fester Kohlensäure und wägt schnell den Rückstand. Hierauf erwärmt man langsam unter kräftigem Umschütteln auf $+20^\circ C$ und bestimmt abermals den Rückstand.

Die in den Vorläufen aufgefangenen Fraktionen werden nach Bestimmung des Volumens und der Dichte im Oreatapparat analysiert und die einzelnen Fraktionsvolumen auf Gewichtsprocente umgerechnet.

Berechnung:

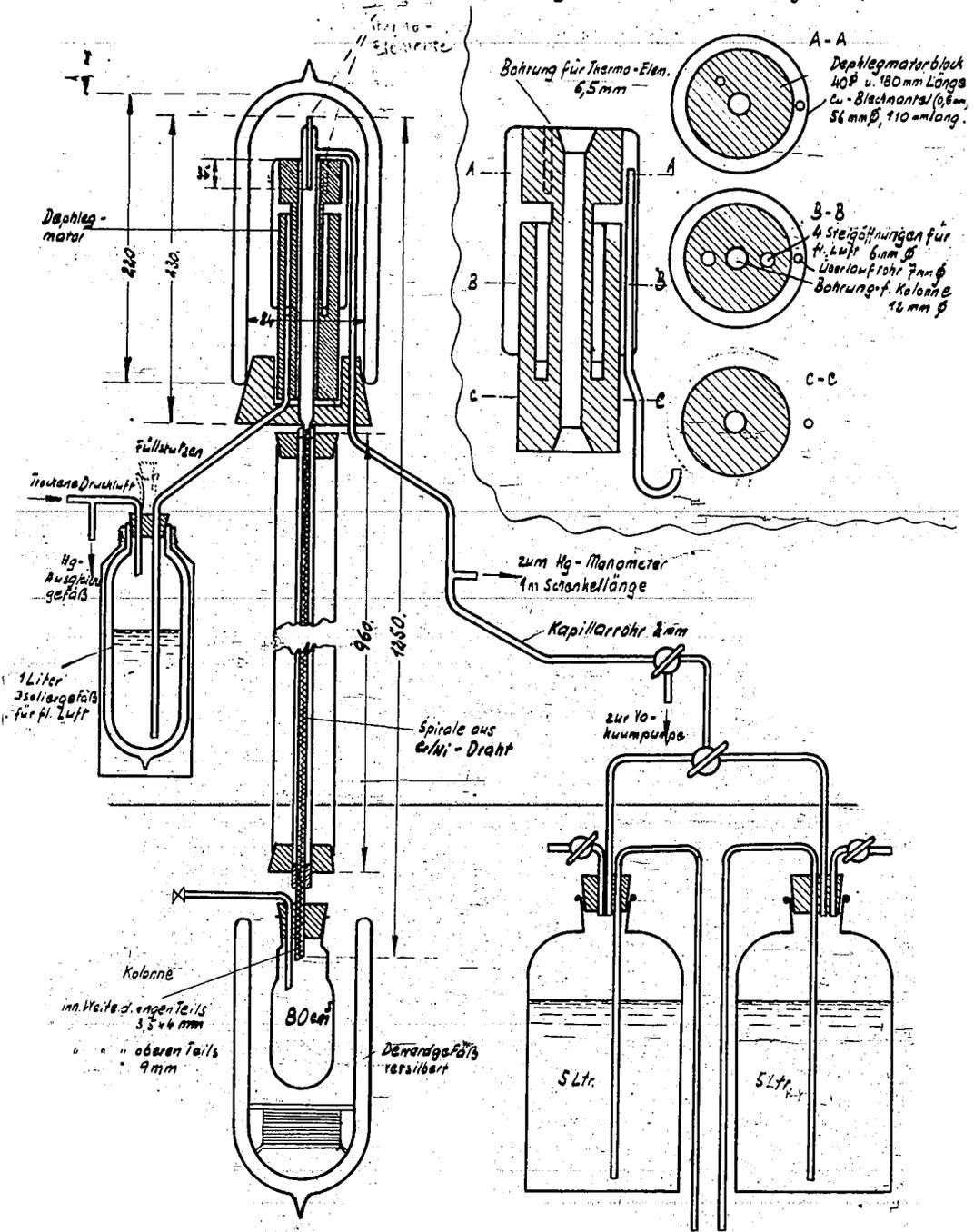
1. Gewichtsprocente der gasförmigen Fraktionen:

$$\text{Gew.}\% = \frac{\text{red. Volumen} \times \text{Vol.}\% \times \text{Ltr.-Gewicht.}}{\text{Einwaage in g}}$$

2. Gewichtsprocente Rückstand + 2,5° -20°C und Rückstand über 20°C:

$$\text{Gew.}\% = \frac{\text{Rückstand in g} \times 100}{\text{Einwaage in g}}$$

Längsschnitt durch den Dephlegmator.



3d

Bestimmung der über 20° siedenden Bestandteile in Gasol.

Zur Bestimmung der über 20° siedenden Bestandteile in Gasol lässt man eine bekannte Menge Gasol aus einer Glasvorlage abdestillieren und bestimmt den über 20° siedenden Rückstand.

Ausführung: Man schliesst eine völlig trocken gewogene Gasolvorlage, wie aus der Skizze ersichtlich, an die Gasolprobe flasche, die mit dem Ventil nach unten hängt, und an eine Trocken gasuhr an. Die Vorlage wird in ein Alkohol-CO₂-Kältebad von -50° C gestellt und bei dieser Temperatur zu 3/4 mit Gasol gefüllt. Nach erfolgter Probenahme und Notierung des Gasuhrstandes ersetzt man das Kältebad durch ein 0° kaltes Wasserbad und destilliert das Gasol vorsichtig ab. Wird bei 0° kein Gasol mehr frei, so hängt man die Vorlage in ein 20° warmes Wasserbad und wägt, nachdem auch bei 20° c kein Gasol mehr überdestilliert, das abgetrocknete, mit den gleichen Gummistopfen versehene Gasolgefäss mit dem Rückstand.

Berechnung: Die über 20° siedende Anteile in Prozent ergeben sich aus dem Rückstand mal 100, dividiert durch die angewandte Gasolmenge in Litern mal Litergewicht des betreffenden Treibgases gemäss folgender Gleichung:

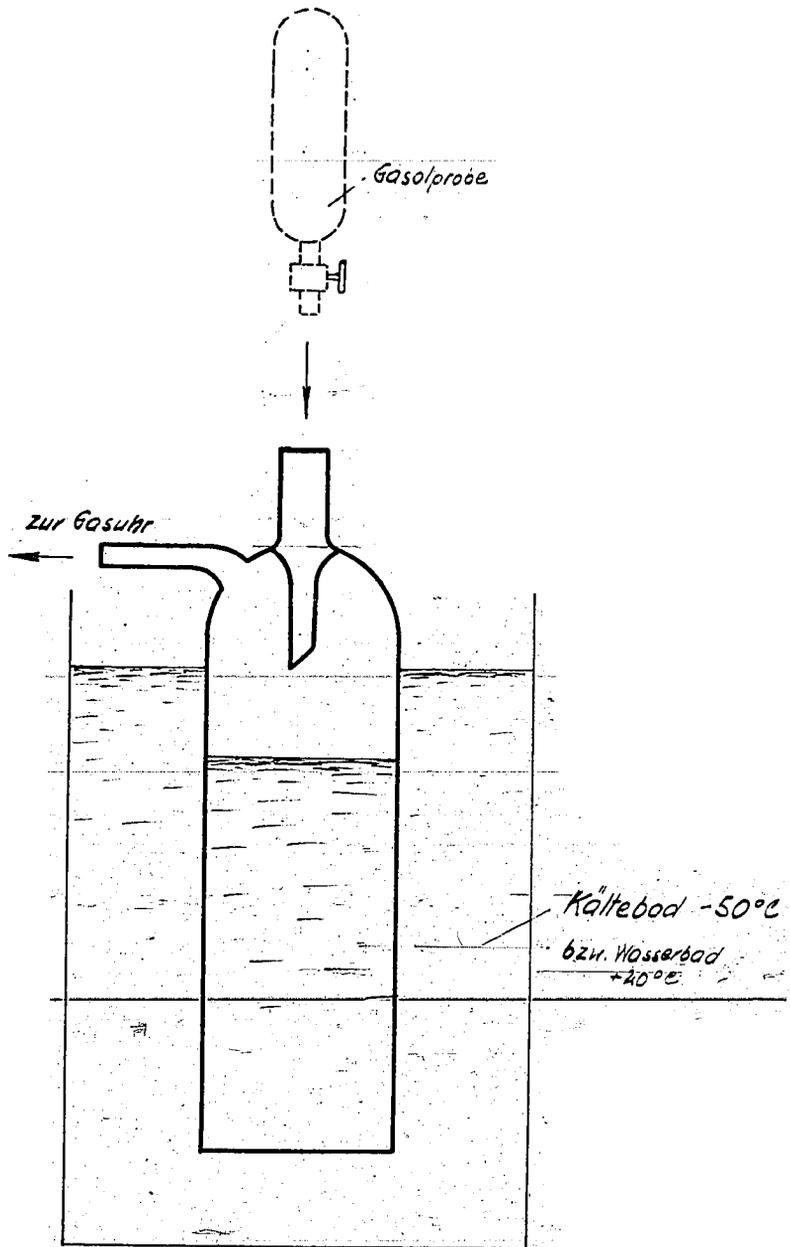
$$\frac{\text{g Rückstand} \times 100}{\text{Dichte} \times 1,293 \times \text{Liter Gasol}} = \% \text{ über } 20^\circ \text{ siedende Anteile.}$$

Als Dichte setzt man meist den Erfahrungswert von 1,755 ein.

Beispiel:

Vorlage leer:	44,4157 g
Uhrstand vorher:	3369,6
Uhrstand nachher:	3420,1
Angewandte Menge:	50,5 Ltr. Gasol
Vorlage und Rückstand	44,5375 g
Rückstand:	0,1218 g über 20° siedende Anteile

$$\frac{0,1218 \times 100}{1,755 \times 1,293 \times 50,5} = 0,12\% \text{ über } 20^\circ \text{ siedende Anteile.}$$



Bestimmung der über 20°C siedenden Bestandteile.

Bestimmung des CO₂-Gehaltes in flüssigem Gasöl

Bei der Bestimmung des CO₂-Gehaltes im Gasöl muss, wie bei allen Gasöluntersuchungen, eine Durchschnittsprobe angewandt werden, die der Zusammensetzung der Flüssigkeitsphase entspricht. Die Probeahme muß also folgendermaßen erfolgen:

Die Stahlprobe flasche wird mit dem Ventil nach unten in ein Stativ gespannt und nach dem Abblasen einer kleinen Menge Gasöl läßt man die Gasölprobe durch geringes Öffnen des Ventils in einen Gasometer eintreten.

Aus dieser Gasometerprobe wird eine Gassemmelprobe entnommen und in bekannter Weise im Orsatapparat der Kohlendioxydgehalt ermittelt.

3h. Bestimmung des Wassergehaltes im Gasol mit Magnesiumperchlorat

Durch zwei mit vollständig trockenem Magnesiumperchlorat gefüllte U-Röhrchen wird Stickstoff geleitet und alsdann das Gewicht des Röhrchens auf der quantitativen Waage festgestellt. Nunmehr leitet man direkt aus einer kleinen Stahlflasche, deren Gewicht und Inhalt bekannt sind, in langsamem Strome das Gasol durch die U-Röhrchen. Die leere Stahlflasche wird zurückgewogen. Zur Entspannung des Gasols aus dem U-Röhrchen leitet man Stickstoff über und bestimmt anschließend die Gewichtszunahme der U-Röhrchen.

Die Gewichtszunahme mal 100 dividiert durch die angewandte Gasolmenge ergibt den Prozentgehalt Wasser, der im Treibgas vorhanden ist. Auf diese Weise läßt sich noch ein Wassergehalt im Gasol von 0,02% ermitteln.

4 a Bestimmung des Erstarrungspunktes von Paraffin

Zur Bestimmung des Erstarrungspunktes fester Substanzen mit Hilfe der Drehmethode (galizische Methode), verflüssigt man die Stoffe in einer kleinen Porzellanschale und nimmt dann mit einem Thermometer, dessen Quecksilbergefaß kugelig ausgebildet ist, einen Tropfen heraus. Man dreht nun das Thermometer langsam in einen Rundkolben oder Erlenmeyerkolben, damit es vor Zugluft geschützt ist. Fließt der Tropfen nicht mehr an der Kugel nach unten ab, sondern bewegt sich bei der Drehung mit, gibt die sofort abgelesene Temperatur den Erstarrungspunkt an. Die Methode gibt sehr gut reproduzierbare Werte. Irrfehler: 1 - 2°.

4a

Bestimmung des Erstarrungspunktes nach Shukoff

Bei einem Erstarrungspunkt nach Shukoff verfolgt man den Temperaturverlauf beim Abkühlen der geschmolzenen Masse. Am Erstarrungspunkt wird die Schmelzwärme frei und verursacht dadurch bei entsprechender Isolierung des Gefäßes einen Haltepunkt, der auf $\pm 0,10^\circ$ genau bestimmbar ist. Das Prüfgerät besteht aus Glas mit einem Vakuum-Mantel. Es wird beinahe vollständig mit der geschmolzenen Masse gefüllt. Das Thermometer setzt man mit einem Korkstopfen so ein, daß die Quecksilberkugel in der Mitte des Gefäßes sitzt und liegt alle 30-Sekunden ab. Man kann auch während des Abkühlens bis etwa 5° oberhalb des zu erwartenden Erstarrungspunktes schütteln und dann ohne weiteres Schütteln die Ablesung vornehmen.

Bei Tafelparaffinen findet man meist sehr gut ausgeprägte Haltepunkte, während die Hartparaffine im allgemeinen nur einen kaum sichtbaren Knickpunkt haben.

4b' Bestimmung des Schmelzpunktes in der offenen Kapillare

Der Schmelzpunkt in der offenen Kapillare wird meist für Weichparaffine und Tafelparaffine angewandt. Man füllt dazu eine 100 mm lange Glaskapillare von 1 mm Weite an einem Ende etwa 3 - 4 mm hoch mit Paraffin, befestigt die Kapillare an einem geeigneten Thermometer, sodaß das Paraffin neben der Quecksilberkugel sitzt und stellt das Thermometer in ein Becherglas, in dem sich das zum Erwärmen siedende Wasser befindet. Das Erwärmen muß allmählich und unter häufigem Umrühren des Wassers geschehen. Der Wärmegrad, bei dem das Fettschulchen durchsichtig wird und in die Höhe schnellt, ist als der Schmelzpunkt anzusehen.

4e 1.) Destillationsmethode zur Bestimmung der unter 450° siedenden
Anteile im Hartparaffin

Zur Bestimmung der unter 450° siedenden Anteile und zur Durchführung einer Gesamtsiedeanalyse vom Hartparaffin dient die Destillation bei einem Vakuum von 1 mm Hg.

Apparatur

Zur Ausführung der Siedeanalyse wird ein Claisendestillierkolben der üblichen Ausführung von 250 ccm Inhalt benutzt, durch dessen gerades Rohr eine Kapillare mit Schliffstopfen bis auf den Boden des Kolbens und durch dessen gekrümmtes Rohr ein geeichtes Thermometer mit einem Meßbereich bis 360° gleichfalls mit einem Schliffstopfen eingeführt ist. Durch die Kapillare wird während der Destillation trockener Stickstoff eingeleitet. Das seitliche Ansatzrohr muß durch eine direkte Flamme oder durch einen Ölmlauf geheizt werden können. An das Ansatzrohr schließt sich eine der üblichen Hinrichtungen an, die es gestattet, die Vorlagen unter Beibehaltung des Vakuums zu wechseln. Das Vakuum wird durch eine Ölpumpe erreicht, der Druck von 1 mm Hg wird unter Kontrolle durch ein Manometer nach dem McLeod-Prinzip eingestellt. Die Heizung erfolgt durch ein gasbeheiztes Luftbad, dessen Temperatur derart reguliert wird, daß eine konstante Destilliergeschwindigkeit von ca. 1 Tropfen je Sekunde erreicht wird.

Ausführung der Siedeanalyse

Zur Bestimmung der unter 450° siedenden Anteile werden ca. 120-150 g Paraffin eingewogen und in dem oben beschriebenen Apparat bei 1 mm Hg bis 226° abdestilliert. Diese Temperatur entspricht nach dem Nomo-gramm zur Umrechnung der Siedepunkte von Paraffinen von Beale und Doekey (J. Inst. of Petrol. Technol. 21, 860, 1936) der Temperatur von 450° bei 760 mm Hg. Rückstand und Destillat werden gewichtsmäßig erfaßt und der Vorlauf in Prozenten angegeben.

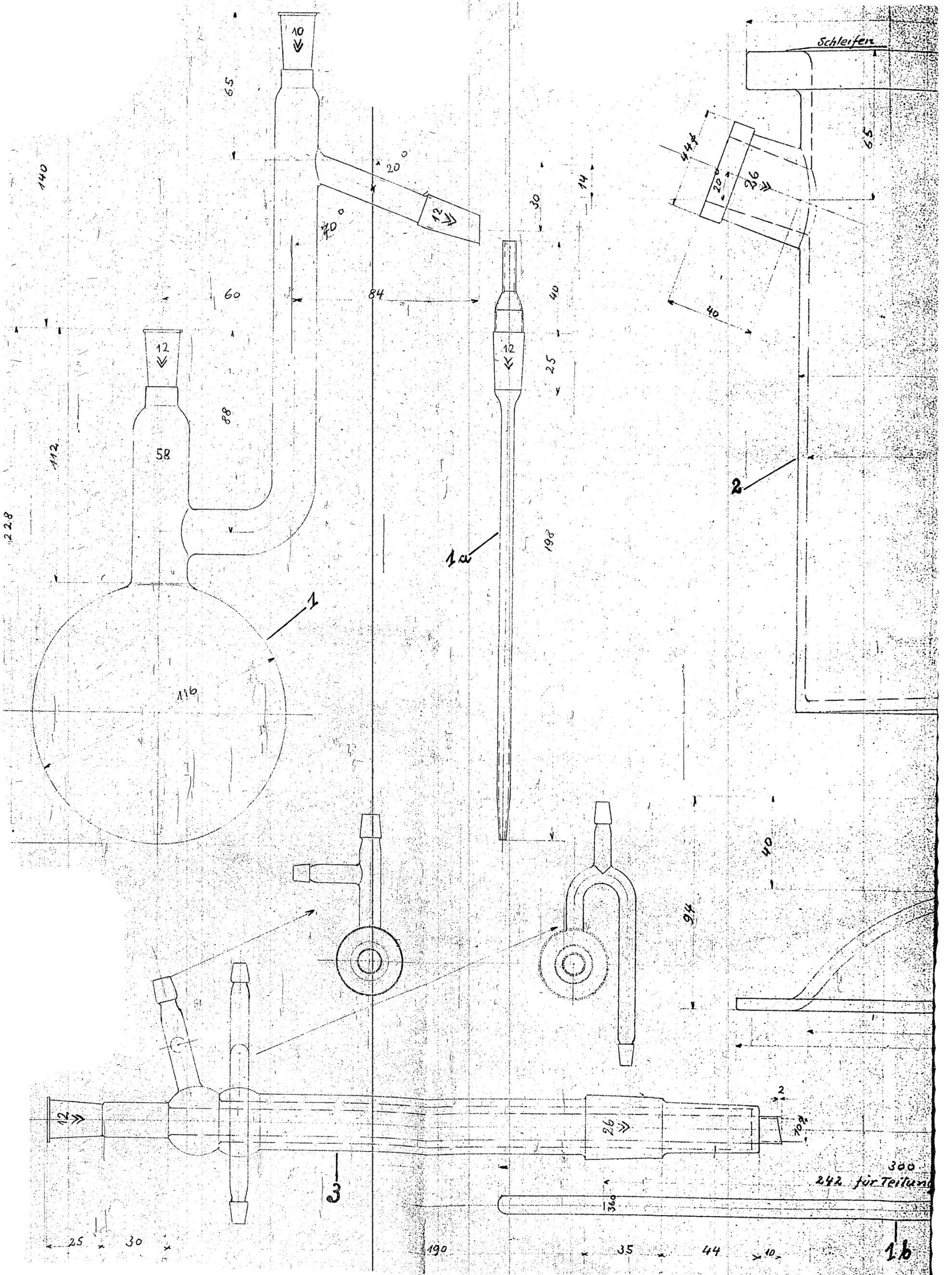
Bei Ausführung einer Gesamtanalyse wird das weitere Destillat in verschiedene Fraktionen zerlegt. Die Siedepunkte einzelner Fraktionen sind dabei entsprechend nachfolgender Tabelle auf Normaldruck umzu- rechnen.

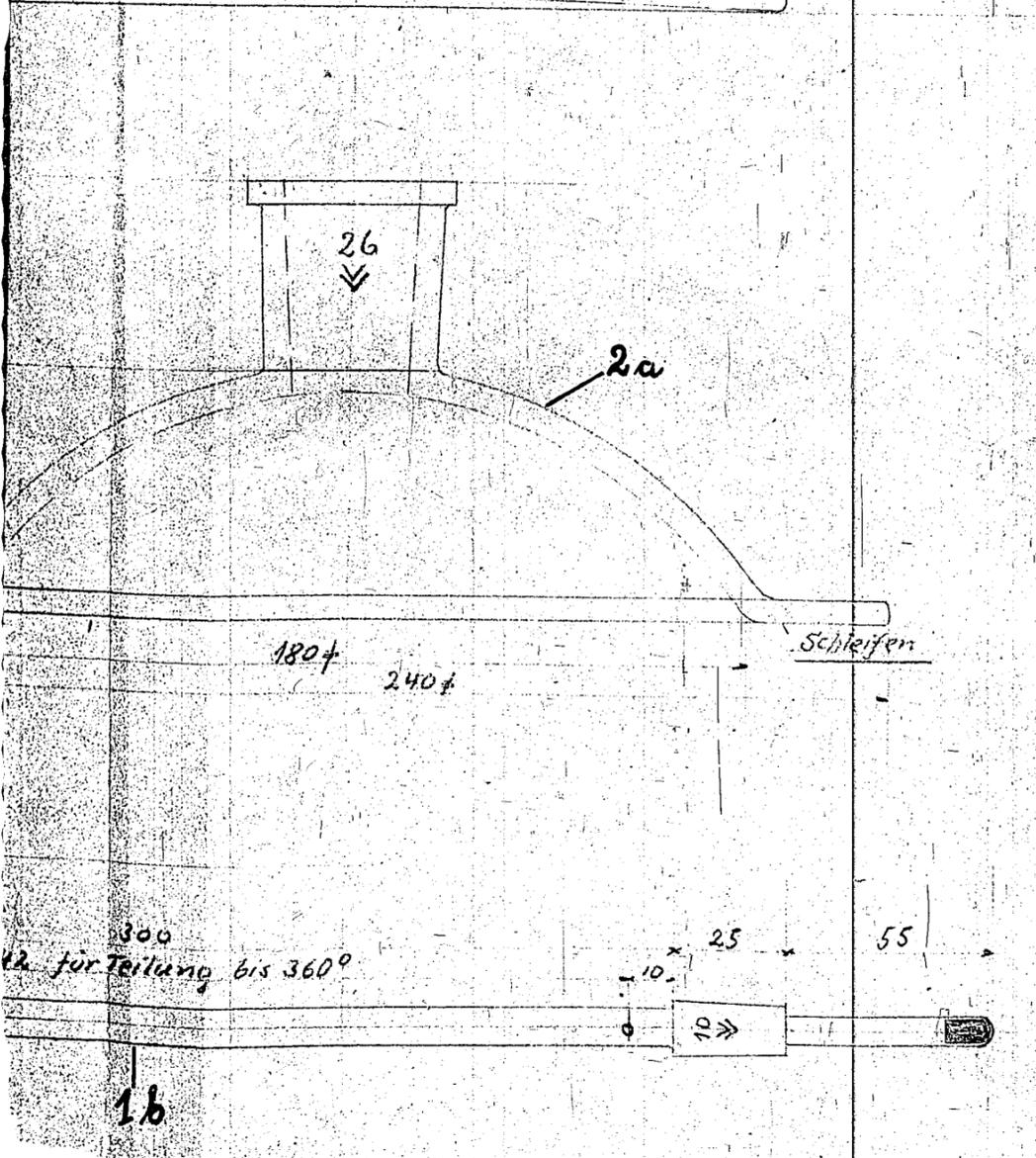
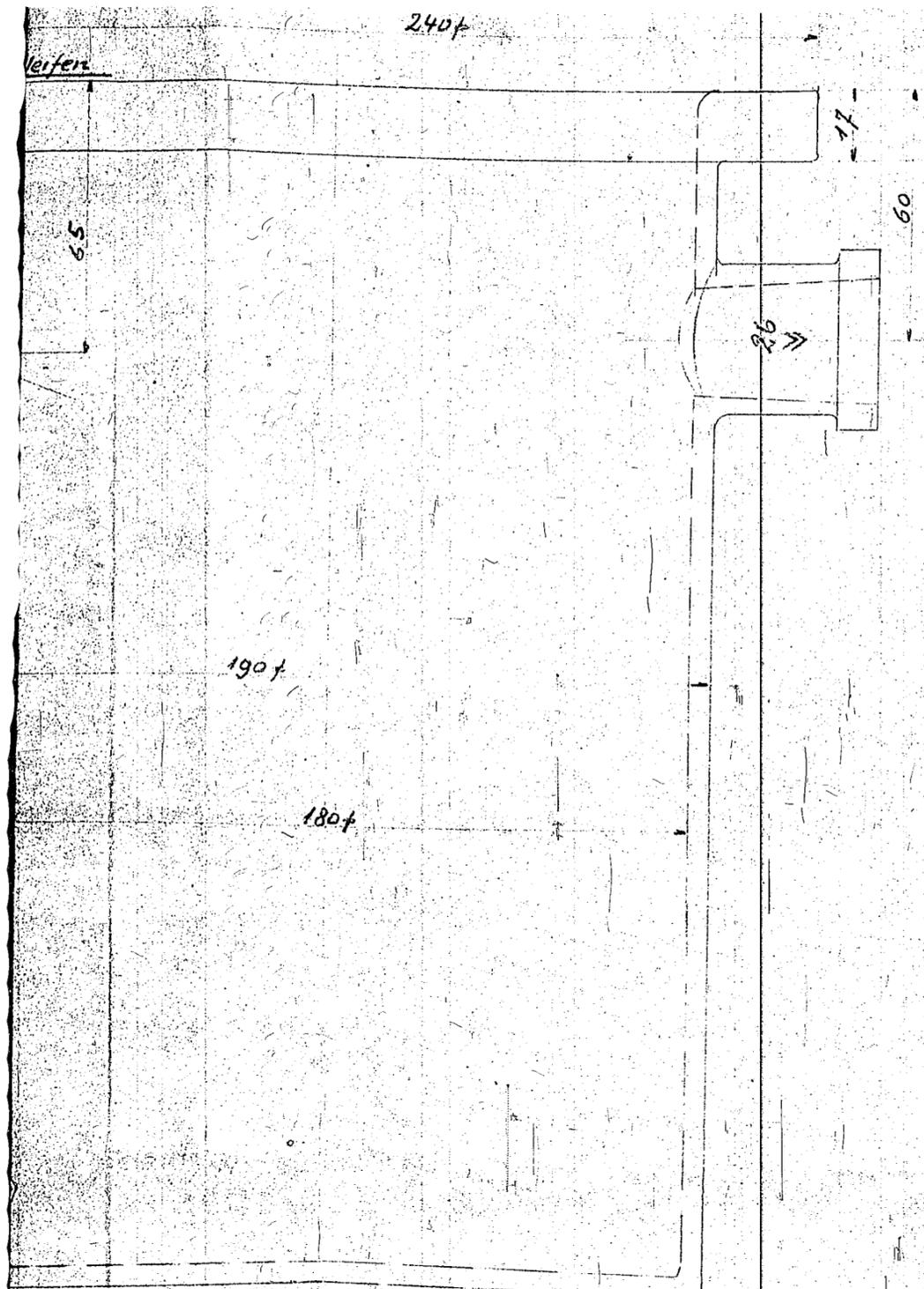
1 mm Hg	760 mm Hg
115° C.	300° C.
152	350
188	400
226	450
264	500
300	550
337	600

4c 2.) Bestimmung der Penetrometerzahl

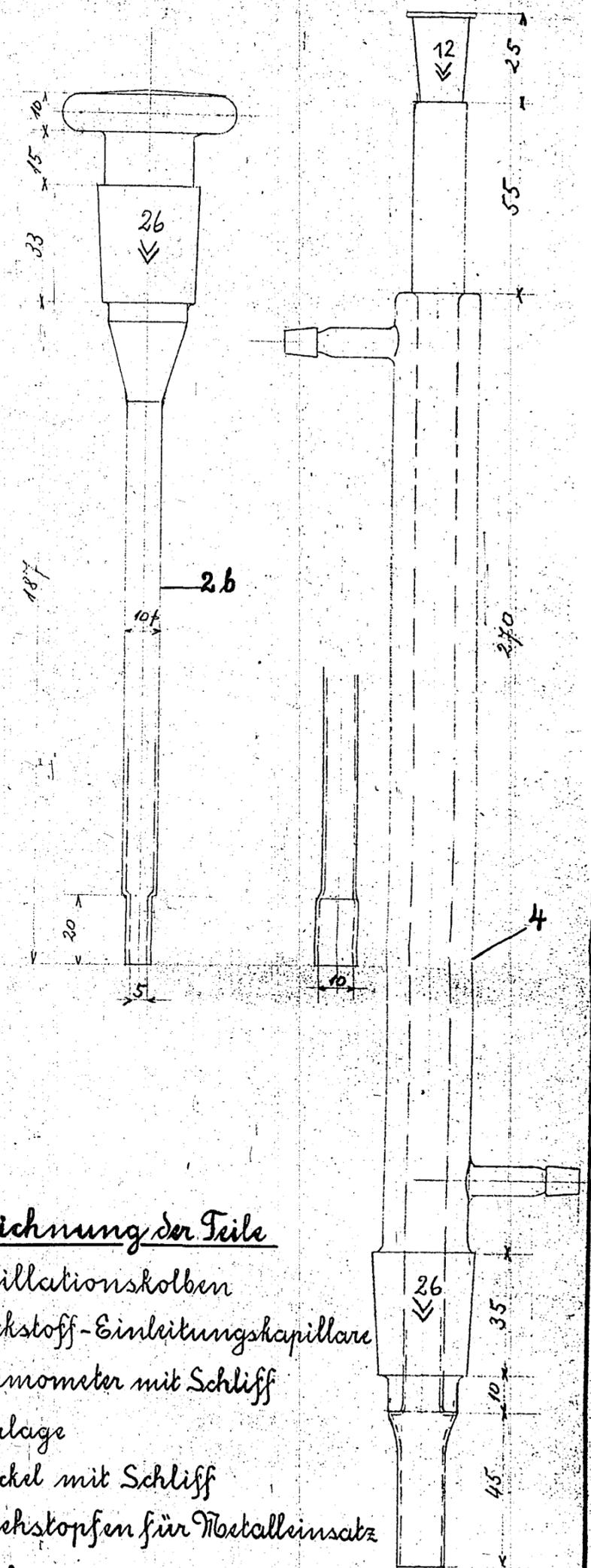
Die Bestimmung wird nach der im Holde, 7. Auflage 1933 S. 412 veröffent- lichten Beschreibung der Methode von Richardsen ausgeführt. Es ist zu beachten, daß die Paraffinprobe mindestens 3 Stunden bei 25° tempe- riert werden muß. Als Penetrometerzahl, ausgedrückt in auf der Skala

abgelesenen Bogengraden, gilt das Mittel von zehn zur dem gleichen
Probestück ausgeführten Einzelbestimmungen.





290



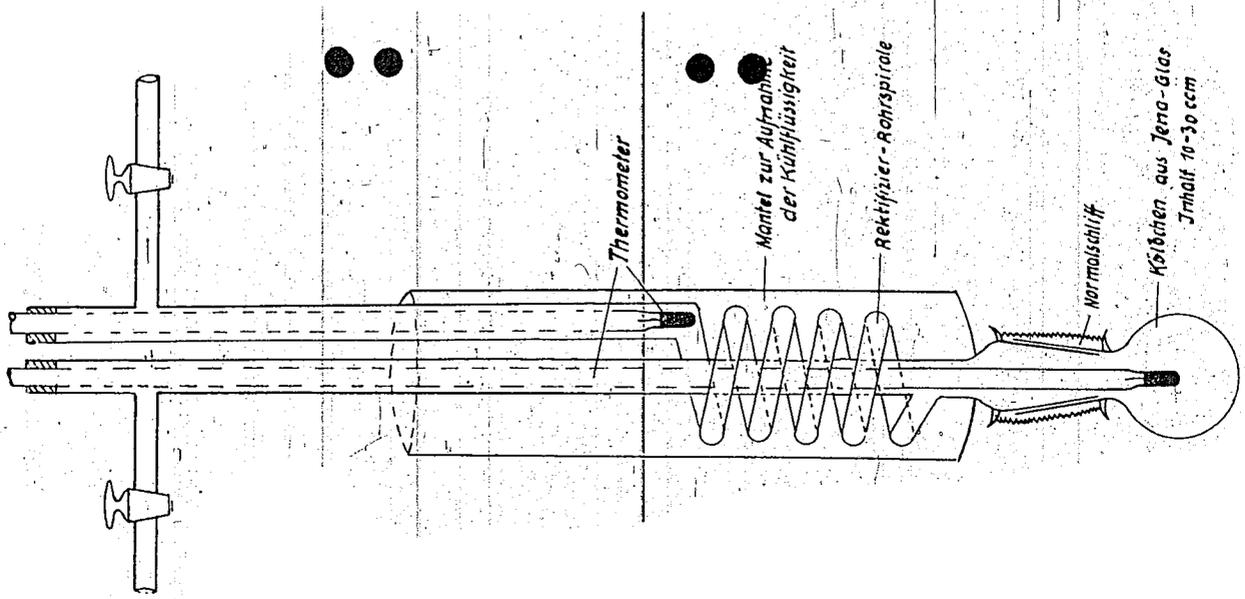
Bezeichnung der Teile

- 1) Destillationskolben
- 1a) Stickstoff-Einleitungskapillare
- 1b) Thermometer mit Schliff
- 2) Vorlage
- 2a) Deckel mit Schliff
- 2b) Drehstopfen für Metallinsatz
- 3) Kühler
- 4) Kühler, vereinfachte Form

Stück	Benennung	Teil	Zchn. Nr.	Werkstoff
Änderungen:				
				- kratzen
				▽ grobschliffe schruppen
				▽ feinschliffen
Entworfen	Datum	Name	Anschlußzeichnung	
Gepasst	1/12/42	Kirchner		
Gepüßt				
Maßstab	1:			
RH Ruhrchemie A.-G. RH				
Oberhausen-Höfen				
Nr.				
Ersatz für:				
Ersetzt durch:				

Fraktionierkolben zur Trennung gasförmiger Kohlenwasserstoffe

nach Drescher



<h2>Fraktionierkolben</h2>		<h1>7A30643</h1>	
<p>Das Urheberrecht an dieser Zeichnung nebst Anlagen verbleibt uns. Zeichnungen und Anlagen dürfen vom Empfänger insbesondere auch bei Beschädigung von Erfindungen und Erfindungsgegenständen nicht ohne schriftliche Genehmigung zu anderen Zwecken als Anfertigung, Herstellung, Verbreitung oder sonstiger Verwertung benutzt werden. Jede unzulässige Benutzung oder Verletzung ist untersagt.</p>		<p>Erstellt für:</p> <p>Entstanden aus:</p>	
<p>Gez.: <i>[Signature]</i> Dat.: 9.6.</p> <p>Gepr.: 11.11.27</p> <p>Ges.: 17</p> <p>Norm gepr.:</p>		<p>BAMAG-NEGUIN AKTIENGESELLSCHAFT BERLIN</p>	
<p>Maßst. 1: 1</p>		<p>Ersetzt durch:</p>	

Die quantitative Trennung gasförmiger Kohlenwasserstoffe mit Hilfe der Tieftemperatursiedeanalyse.

(Von Dr. Ing. Hanna Buscher, Betriebslaboratorium der Ruhrbenzin A.G. Oberhausen-Holtén)

Eine schnelle quantitative Bestimmung der Bestandteile einfacher Gasgemische geschieht mit Hilfe der Absorptionsmethode im Orsatapparat. Diese Methode liefert ebenfalls bei einer Trennung, wo es sich nur um eine Feststellung von olefin- und paraffinhaltigen Kohlenwasserstoffen handelt, gute Resultate. Ist jedoch neben der Angabe der ungesättigten und gesättigten Kohlenwasserstoffe noch eine weitere Trennung in die Homologen derselben wünschenswert, so versagt die Absorptionsmethode in der bisherigen üblichen Anwendungsweise; denn Schwefelsäure absorbiert sowohl Propylen wie Butylen, und die Verbrennung über Kupferoxyd ergibt die gesamte Menge der Paraffine.

Nach Untersuchungen der Ruhrchemie A.G.¹⁾ ist eine Trennung der gesättigten Kohlenwasserstoffe in ihre Homologe durch Absorption in jodpentoxydhaltiger Schwefelsäure von bestimmter Konzentration möglich. Wir haben diese elegante Trennungsweise ebenfalls einer Untersuchung unterzogen und mehrere Trennungen von Propan-Butangemischen und Gasol durchgeführt. Der Nachteil dieser Trennungsart ist der ziemliche Zeitaufwand für eine vollständige Analyse der einzelnen Kohlenwasserstoffe; denn neben der Trennung von Propan, Butan und teilweise Aethan durch Absorption mit jodpentoxydhaltiger Schwefelsäure ist zur Feststellung des Verhältnisses von Propylen zu Butylen neben der Normalanalyse noch die gesamte Kohlenstoff-Zahl (C.Z.) durch eine Verbrennung der gesamten Kohlenwasserstoffe über Kupferoxyd zu ermitteln.

Da die chemischen Trennungsweisen der Kohlenwasserstoffe einen für Betriebsanalysen zu großen Aufwand an Zeit beanspruchen, wandten wir uns den auf physikalischer Grundlage fußenden Untersuchungsmethoden zu.

1) Dr. Velde: Bestimmung der gasförmigen Paraffinkohlenwasserstoffe.

Bei der van Dyck-Analyse wird nach den Angaben von Engelhardt²⁾ ein abgemessenes Gasvolumen bei konstanter Temperatur (ca. 20°) und 1 ata mit einem gasfreien, flüssigen Kohlenwasserstoff (z.B. Toluol) in einem Absorptionsgefäß gewaschen. Die einzelnen Gaskomponenten werden hierbei in unterschiedlicher Menge absorbiert. Die erhaltene Lösung fließt anschließend durch eine Rektifizier-Rohrspirale ab. Letztere erfährt durch die Dämpfe einer Flüssigkeit von bestimmter Temperatur eine Außenbeheizung, die durchschnittlich nur wenige Grade unter der Siedetemperatur der Waschflüssigkeit liegt. Es tritt eine weitgehende Dephlegmierung der absorbierten Gase ein. Durch Wahl der richtigen Dephlegmierungstemperatur wird praktisch nur ein Gasbestandteil, der am stärksten absorbierbare, herausgewaschen. Die Volumengen der entfernten Gasbestandteile und der dafür benötigten Waschflüssigkeit werden bei gleicher Temperatur und gleichem Druck in gleichen Zeitabständen gemessen und in einem Koordinatensystem eingetragen. Die so erhaltene Absorptionslinie gibt an der Stelle, wo die Absorption eines anderen Gasbestandteiles beginnt, einen scharfen Knick.

Nach den Untersuchungen von Engelhardt hängt die Genauigkeit der van Dyck'schen Analyse von dem Prozentgehalt der Kohlenwasserstoffkomponenten des Gasgemisches ab. Liegt der Gehalt eines Gasbestandteiles zum Beispiel unter ca. 10 %, so liegt die Analysengenauigkeit bei ~~+ 5-% (relativ).~~

Bei der Tieftemperatursiedeanalyse geht der Destillation der einzelnen Gaskomponenten eines Gemisches eine Kondensation bei tiefer Temperatur (ca. -80°C) voraus. Wir haben speziell diese Trennungsart auf ihre Brauchbarkeit zur Trennung der Kohlenwasserstoffe in C₃ und C₄ im Flüssiggas untersucht.

- 2) Dr. Engelhardt: Die quantitative Bestimmung gasförmiger Kohlenwasserstoffe unter Benutzung der Absorptionsmethode (nach van Dyck) und der Tieftemperatursiedeanalyse (I.G.).

Versuchsordnung: Für unsere Versuche benutzten wir den von Engelhardt bei seinen Tieftemperatursiedeanalysen angegebenen kleinen Destillationskolben von ca. 8 cm³ Inhalt mit anschließender Rektifizierkolonne, einem Glasspiralrohr von ca. 10 cm Höhe. Das Kөлbchen ist von einem Heizmantel (Widerstandsheizung) umgeben und befindet sich in einem Luftbade. Letzteres steht nur mit dem Ableitungsrohr für die Widerstandsdrähte mit der Außenluft in Verbindung. Am oberen Ende des Spiralrohres, vor dem Austritt der dephlegmierten Dämpfe, befindet sich die Temperaturmeßstelle (Eisen-Konstantan- oder Kupfer-Konstantan-Thermoelement).

Die ganze Apparatur wird in ein Kältebad - Deward'sches Gefäß - von ungefähr -80°C eingesetzt. Die Tieftemperatur ist leicht mit einer Mischung von Aether-Kohlensäure zu erreichen. Bei der Trennung eines Gemisches, das fast nur aus Propan-Butan besteht, ist die Arbeitsweise mit einem Kältebad von Alkohol-Kohlensäure angenehmer. Die hierbei erreichbare Temperatur von ca. -70°C genügt zur Kondensation der Gaskomponenten vollauf. Vor dem Durchleiten des Gases ist eine Evakuierung der Apparatur zur schnelleren Kondensation des Gases ratsam. Der im Kältebad befindlichen Apparatur ist eine Gas auffangkolonne, die aus mehreren Woulff'schen Flaschen besteht, angeschlossen. Die Zahl der Flaschen richtet sich nach der Anzahl der einzelnen Destillate, die man getrennt aufzufangen beabsichtigt. Durch Verwendung von Drei-Tubus-Flaschen ist zudem nach Übergang einer Gaskomponenten eine jederzeitige gasanalytische Untersuchung dieses Destillates möglich, die in Zweifelsfällen beim Anbringen der Schnitte an der erhaltenen Siedekurve eine gute Kontrolle gestattet.

Durchführung der Untersuchung: 1500 bis 2000 cm³ eines Gasgemisches werden in 5 Liter-Niveauflaschen über Kalilauge als Sperrflüssigkeit aufgefangen. Hierbei wird die im Gase befindliche Kohlensäure absorbiert. Es ist empfehlenswert, die Kohlensäure vor der Kondensation aus dem Gase zu entfernen, da bei der sehr hohen Tension der Kohlensäure eine restlose Kondensation derselben nicht möglich ist. Zudem gibt sich bei der Destillation das Vorhanden-

sein von Kohlensäure durch einen unregelmäßigen Verlauf der Siedekurve in ihrem Anfangsverlauf kund. Das Gasgemisch wird zur Kondensation in das auf -70 bis -80°C abgekühlte evakuierte Destillationskölbchen geleitet. Nach Beendigung der Kondensation beginnt man mit der Aufheizung des Kölbchens. Sie richtet sich nach dem Destillationsverlauf. Ein zu schnelles Aufheizen, besonders im Anfang, ist zu vermeiden (4 Watt anfangs bis 20 Watt maximal). Die Destillationszeit für ein Ruhrgasol beispielsweise beträgt ungefähr 1 Stunde. Das übergelassene Gas wird in Woulff'sche Flaschen aufgefangen und die Destillationstemperatur bestimmt. Die hierbei verdrängten Kubikzentimeter Wasser werden in einem Meßzylinder gesammelt und abgelesen.

Die im Meßzylinder aufgefangenen cm^3 Wasser in Abhängigkeit von der jeweiligen Destillationstemperatur werden in ein Koordinatensystem eingetragen und ergeben die Siedekurve des untersuchten Gasgemisches. Der Übergang einer Gaskomponenten gibt sich durch einen Knick resp. Abfall in der Siedekurve zu erkennen und gestattet die prozentuale Angabe des Gemisches an C_2 , C_3 und C_4 . Der Gehalt an C_5 ist aus dem Destillationsrückstand feststellbar, da C_5 bei der bei unserem Versuch erreichbaren Höchsttemperatur von ca. $+20^{\circ}\text{C}$ zum größten Teil als Flüssigkeit zurückbleibt. Die unter $+20^{\circ}\text{C}$ siedenden Anteile von C_5 (tertiäres Pentan, Sp. $+10^{\circ}\text{C}$) sind noch der Siedekurve zu entnehmen.

~~Wir geben nachfolgend eine Aufstellung der gefundenen C-Werte verschiedener Flüssiggase, die mit Hilfe der Tieftemperatursiedeanalyse untersucht wurden, wieder.~~ Gleichzeitig wurde zum Vergleich von derselben Gasprobe eine vollständige Analyse im Orsatapparat durchgeführt. Bei Angabe der Resultate, die mit der Siedeanalyse erhalten wurden, ist der jeweilige Gehalt des Gases an Kohlensäure berücksichtigt.

Tieftemperatursiedeanalyse

Gasanalyse im Orsatapparat

Reinbutan (Kurvenblatt I)

C ₂ +C ₃ + Inerte	3,5 %	CO ₂	1,0 %
C ₄	86,5 %	CnHm	63,0 %
C Rest	8,8 %	C ₂ H ₄	2,5 %
		O ₂	0,2 %
		CO	1,0 %
		CnH _{2n+2}	31,8 %
		C.Z.	4,08
		(korr.)	3,92
		N ₂	0,5 %

Rohpropan (Kurvenblatt II)

C ₂ + Inerte	1,1 %	CO ₂	7,4 %
C ₃	89,0 %	CnHm	39,6 %
C Rest	2,9 %	C ₂ H ₄	1,3 %
		O ₂	0,1 %
		CO	1,3 %
		H ₂	0,3 %
		CnH _{2n+2}	49,2 %
		C.Z.	2,84
		(korr.)	2,77
		N ₂	0,8 %

Tieftemperatursiedeanalyse

Gasanalyse im Orsatapparat

Gemisch Propan-Butan 70:30 (Kurvenblatt III)

C ₂ + Inerte	1,3 %	CO ₂	1,5 %
C ₃	45,0 %	CnHm	53,3 %
C ₄	48,5 %	C ₂ H ₄	1,2 %
C Rest	3,6 %	O ₂	0,1 %
		CO	0,9 %
		H ₂	0,5 %
		CnH _{2n+2}	41,5 %
		C.Z.	3,44
		(korr.)	3,36
		N ₂	1,0 %

Gasol (Kurvenblatt IV)

C ₂ + Inerte	1,4 %	CO ₂	11,9 %
C ₃	21,0 %	CnHm	47,2 %
C ₄	57,0 %	C ₂ H ₄	1,3 %
C Rest	5,7 %	O ₂	0,2 %
		CO	1,4 %
		H ₂	0,8 %
		CnH _{2n+2}	36,5 %
		C.Z.	3,66
		(korr.)	3,58
		N ₂	0,7 %

Die erhaltenen Resultate bei der Tieftemperatur-siedeanalyse sind in guter Übereinstimmung mit den durch die Gasanalyse im Orsatapparat gefundenen Werten, z.B. ergibt bei Reinbutan die Gasanalyse einen Gesamtkohlenwasserstoffgehalt + Inerte des Gasgemisches von rund 99,5 Vol.%, die Siedeanalyse den Wert von 98,8 % an. Addiert man hierzu noch die im ursprünglichen Gemisch enthaltenen 1,0 % CO_2 , die bei der Berechnung zugrunde gelegt, aber bei der Addition der Gasbestandteile nicht angeführt sind, so erhält man den Wert von 98,8 %.

Im Gemisch Propan-Butan war das Verhältnis von C_3 zu C_4 mit ca. 70:30 angegeben worden. Die Siedeanalyse ergab jedoch das Mischverhältnis von rund 1:1.

Bei der Gasprobe stimmen die Resultate nicht so gut überein, was auf den hohen CO_2 -Gehalt (11,9 Vol.%) des Flüssiggases zurückzuführen ist. Die Kohlensäure war von der Sperrflüssigkeit nicht restlos absorbiert worden.

Zusammenfassung.

Die mit der Tieftemperatursiedeanalyse durchgeführten Versuche zeigen, daß eine Trennung der Kohlenwasserstoffe im Flüssiggas bei einiger Übung mit einer für die Betriebskontrolle genügenden Genauigkeit möglich ist. Der Zeitaufwand für die Durchführung einer derartigen Analyse beträgt ungefähr 2 Stunden.- Die Gasanalyse im Orsatapparat gibt die Menge des Mischgases an ungesättigten und gesättigten Kohlenwasserstoffen an.

Oberhausen-Holten, den 18. Februar 1937.

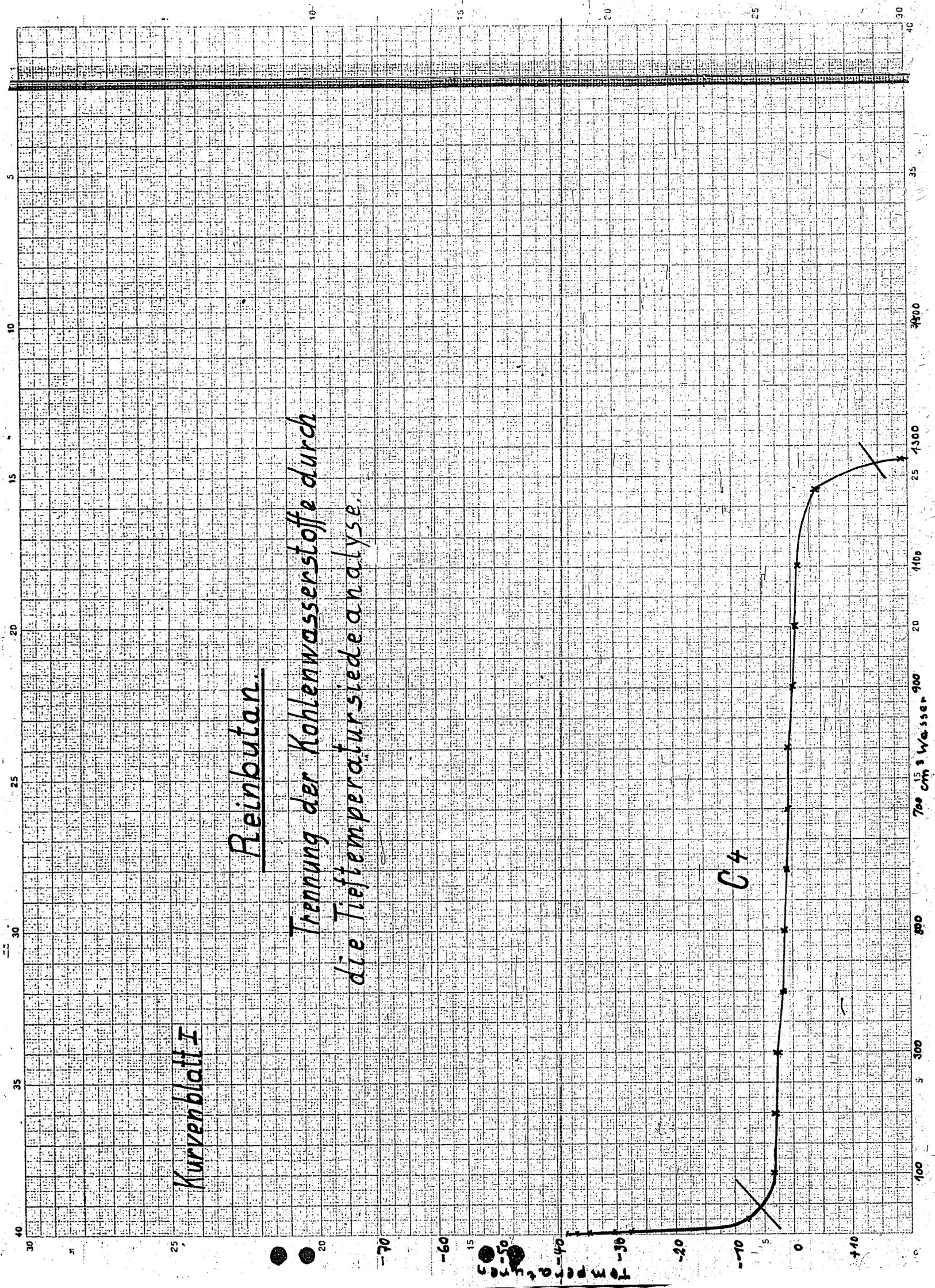
Anlagen: 4 Kurven
2 Zeichnungen

Kurvenblatt I

Reinbutan

Trennung der Kohlenwasserstoffe durch
die Tieftemperaturanalyse.

C₄

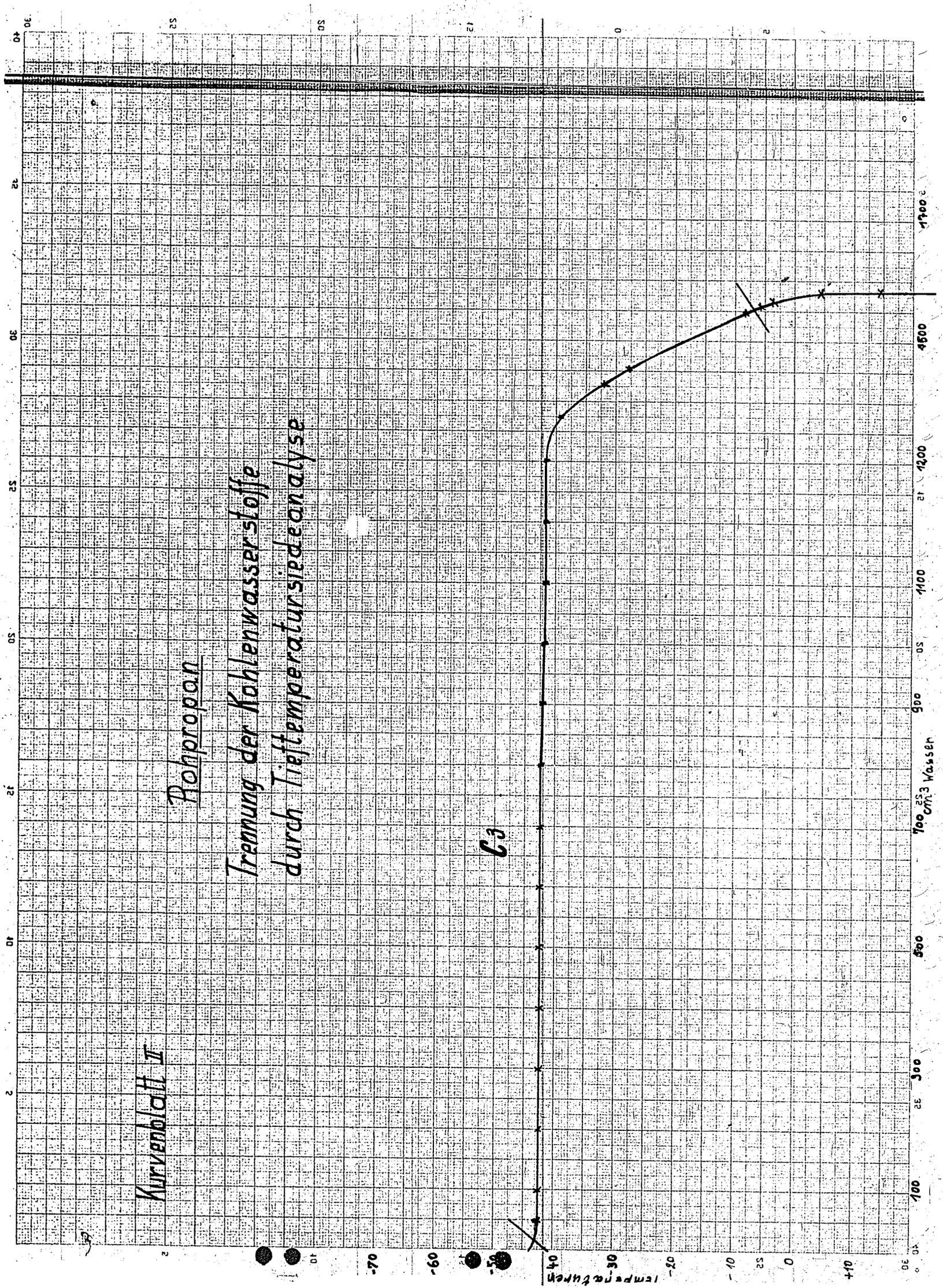


Kurvenblatt II

Propan

Trennung der Kohlenwasserstoffe
durch Tiefstempersiedeanalyse

C₃



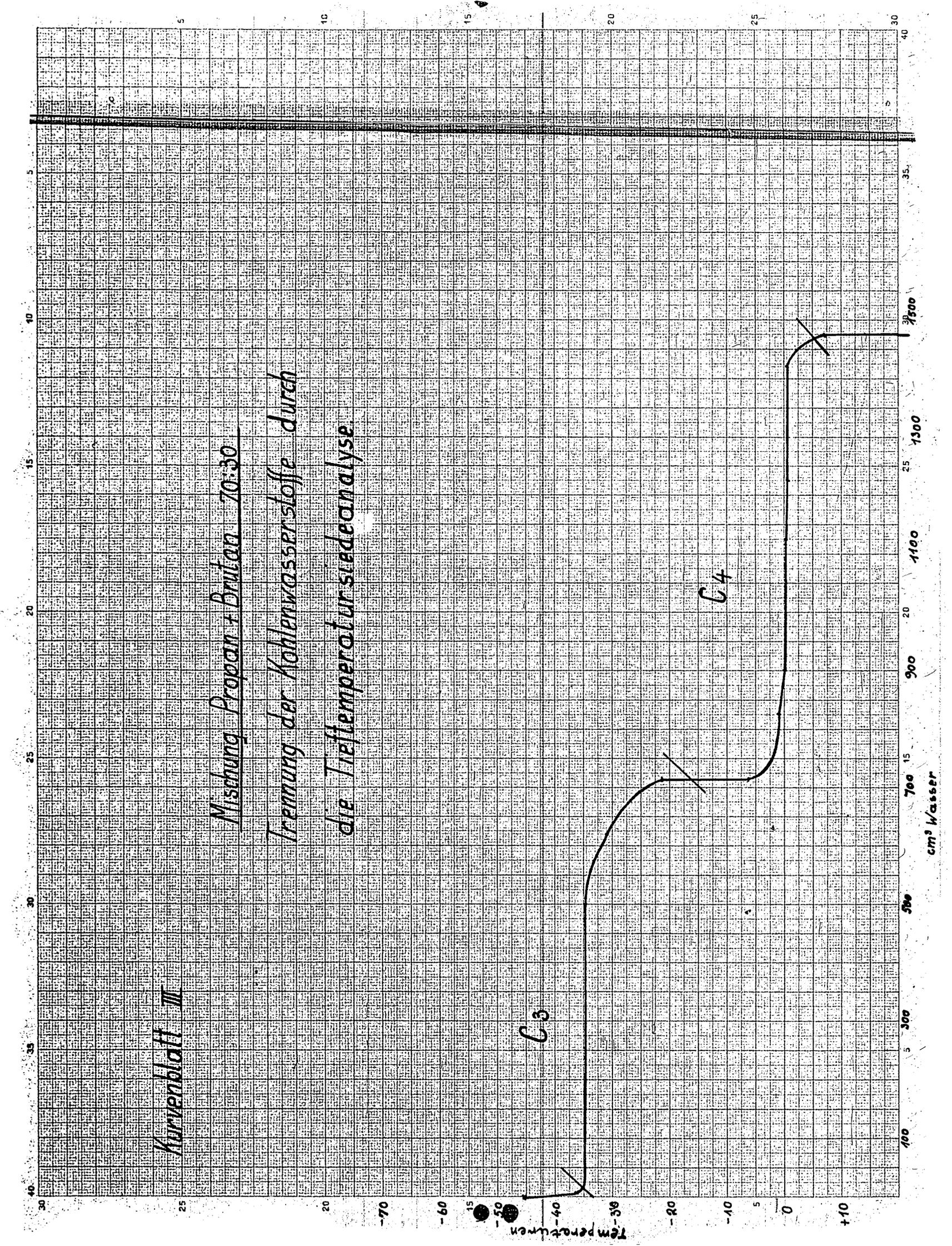
Kurvenblatt III

Mischung Propan + Butan 70:30

Trennung der Kohlenwasserstoffe durch die Tieftemperaturiedeanalyse

C3

C4



Kurvenblatt IV

Gasol

Trennung der Kohlenwasserstoffe durch
die Tieftemperaturdestillation

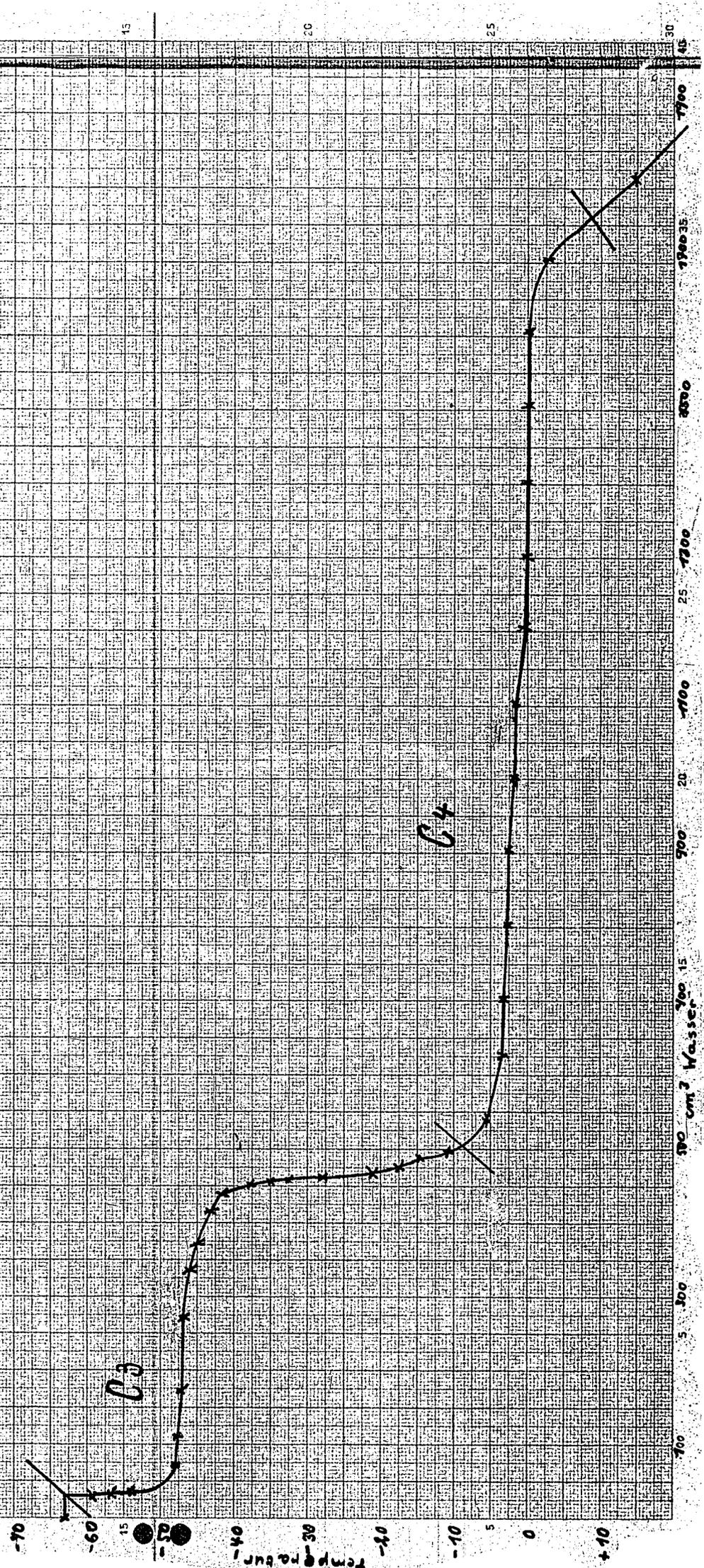


Abb. 2

Apparatur für Tieftemperatursiedeanalyse

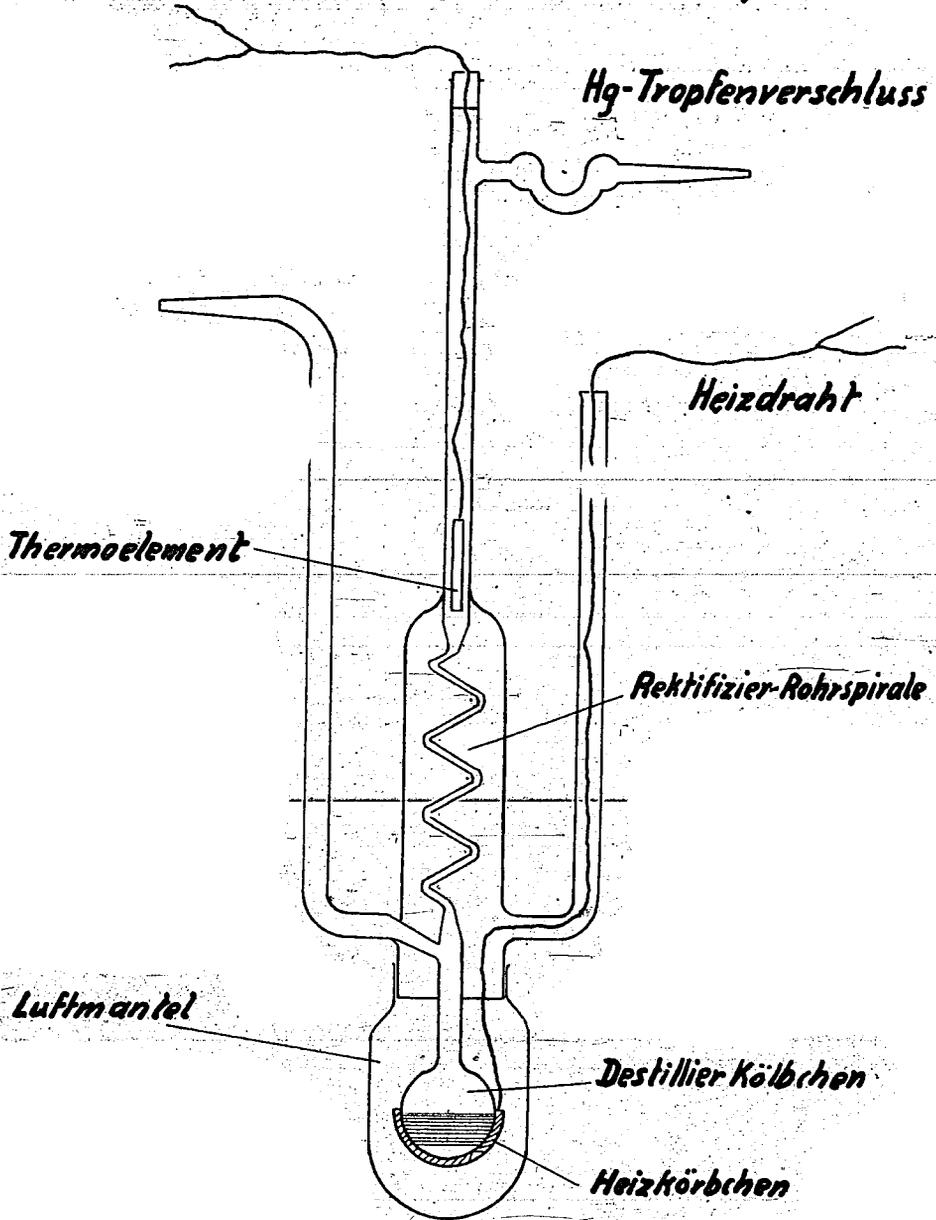
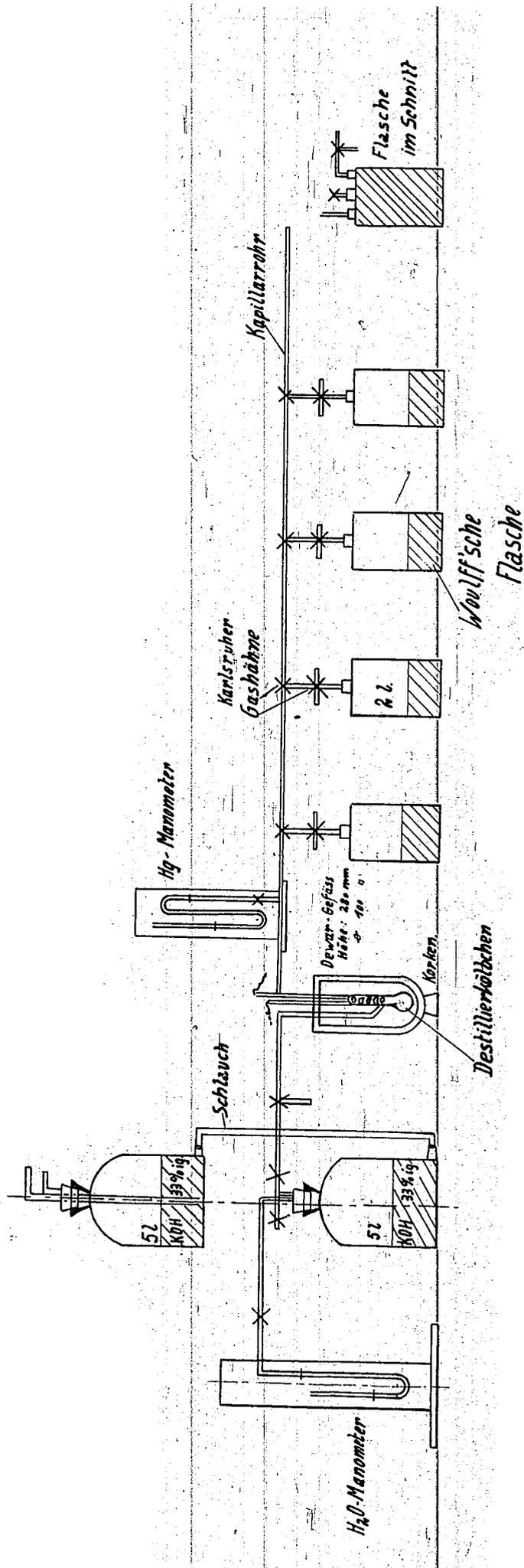


Abb. 1

Apparatur für Tieftemperatursiedeanalyse.



J. G.

Holtten, den 22. Februar 1938.

Betr.: Trennung von Gasol-Kohlenwasserstoffen.

Vergleichsanalysen, durchgeführt im Betriebslabor bei Rheinpreußen, im Hauptlabor der Ruhrchemie und im Betriebslabor I der Ruhrbenzin.

Die angeführten Ergebnisse sind auf luft- und kohlenstofffreies Gasol bezogen. Die Proben wurden so aus der Produktion entnommen, daß eine gleichmäßige Probeentnahme und Gasolzusammensetzung gewährleistet war.

Die erste Vergleichsuntersuchung wurde zwischen dem Hauptlabor der Ruhrchemie und dem Betriebslabor I der Ruhrbenzin, die zweite unter Hinzuziehung des Betriebslabors von Rheinpreußen durchgeführt.

Die Ergebnisse waren folgende:

	<u>Vergleich I</u>		<u>Vergleich II</u>		
	RCH	RB	RPr	RCH	RB
C_2H_6	5,3	2,4	0,0	2,8	2,3
C_3H_8	22,8	21,8	49,6	43,7	47,2
C_4H_{10}	21,8	24,0	15,1	15,3	15,5
C_2H_4	1,4	0,9	0,04	0,2	1,0
C_3H_6	18,2	18,8	23,2	28,4	19,8
C_4H_8	31,1	32,0	11,95	9,4	14,0
Gesättigte KW	49,9	48,2	64,7	61,8	65,0
Unges. KW	50,7	51,7	35,19	38,0	34,8
C_2	6,7	3,3	0,04	3,0	3,3
C_3	41,0	40,6	72,8	72,1	67,0
C_4	52,9	56,0	27,05	24,7	29,5

Ruhrbenzin Aktiengesellschaft

Oberhausen-Holten

Drahtwort: Ruhrbenzin Oberhausen-Holten
Schlüssel: Rudolf Mosse Code

Bankkonto:
Reichsbank-Girokonto Oberh.-Starkstraße

Postcheckkonto:
Essen Nr. 31212

Fernruf: Amt Oberhausen-Rhld.
Orts- u. Bezirksverkehr 61151
Fernverkehr 60244

Allye Jann

K. J. G. S. W.

Firma

Treibstoffwerk

Treibstoffwerk
Posteingang
-4. AUG. 1937 Nm.
Erlaubt

Meerbeck b/ Moers.

Ihr Zeichen

Ihr Schreiben vom

Unser Zeichen
RB. Abt. BL/F/Wcht.

den
3. August 1937.

Zeichen und Betreff
bitte in der Antwort wiederholen.

Betr.: Gasolanalyse - Vergleichsprobe vom 18. Juni 1937.

In der Anlage übersenden wir Ihnen die Untersuchungsergebnisse der Vergleichsprobe vom 18.6.37. Die nach der abgeänderten Podbielniak-Methode beim Benzol-Verband und bei der Gewerkschaft-Viktor erhaltenen Werte zeigen, wie schwierig es ist, mit einundderselben Methode übereinstimmende Ergebnisse zu erhalten. Dies tritt vor allem deutlich hervor, wenn man die Zahlen für C₃- und C₄-Kohlenwasserstoffe einander gegenüberstellt. Die von Ihnen und uns durchgeführten Untersuchungen, die nach anderen Methoden ausgeführt wurden, zeigen vor allem bei der Schnellmethode Ruhrbenzin starke Abweichungen, besonders bei der Bestimmung des Propans. Die von der Gewerkschaft Viktor durchgeführte Schnellmethode, die als Probe II in der Aufstellung angeführt ist, ergibt ebenfalls keine mit den anderen Untersuchungsmethoden übereinstimmenden Werte.

Da wir jetzt in der Lage sind, nach den 3 bisher üblichen Methoden - Podbielniak, Dichtebestimmung mittels magnetischer Gaswaage, Schnellmethode - die Untersuchungen hier durchzuführen, möchten wir vorschlagen, vorerst von einem weiteren Austausch von Proben abzusehen. Die Ergebnisse der fernherhin von uns durchgeführten Vergleichsversuche werden wir Ihnen zu gegebener Zeit übermitteln.

Mit Deutschem Grab
RUHRBENZIN AKTIENGESELLSCHAFT

Allye Jann

EINLAGE
NR 2314

11 10000 XI 36 O: 9857

Betr.: Gasanalyse - Vergleichsprobe vom 18. Juni 1937.

Versuchsergebnisse bei:

(Gew.%)	<u>Rhein-</u>	<u>Benzol-</u>	<u>Rauzel</u>		<u>Ruhrbenzin</u>
	<u>preußen</u>	<u>Verband</u>	<u>I</u>	<u>II</u>	
CO ₂	2,6	2,8	2,5	-	} 4,0
Äthylen	0,1	0,3	0,05	-	
Propylen	14,3	13,3	16,0	19,2	11,3
Butylen	25,8	26,4	24,0	22,4	23,0
Äthan	-	0,8	0,15	-	-
Propan	28,2	26,9	31,2	29,0	36,8
Butan	28,8	25,8	26,1	29,3	23,2
Pentan Rest	0,1	3,7	-	-	1,7
Dichte	1,721	1,738	-	-	1,747
H _u errechnet	10790	-	-	-	11390
H _u experiment.	-	-	-	-	11330
C ₃ -Kohlenwasser- stoffe	42,5	40,2	47,2	48,2	48,1
C ₄ -Kohlenwasser- stoffe	54,6	52,2	50,1	51,7	46,2

Fraktionierte Destillation von Ruhrgasol. Produktion Scholven.

Kurvenblatt 1

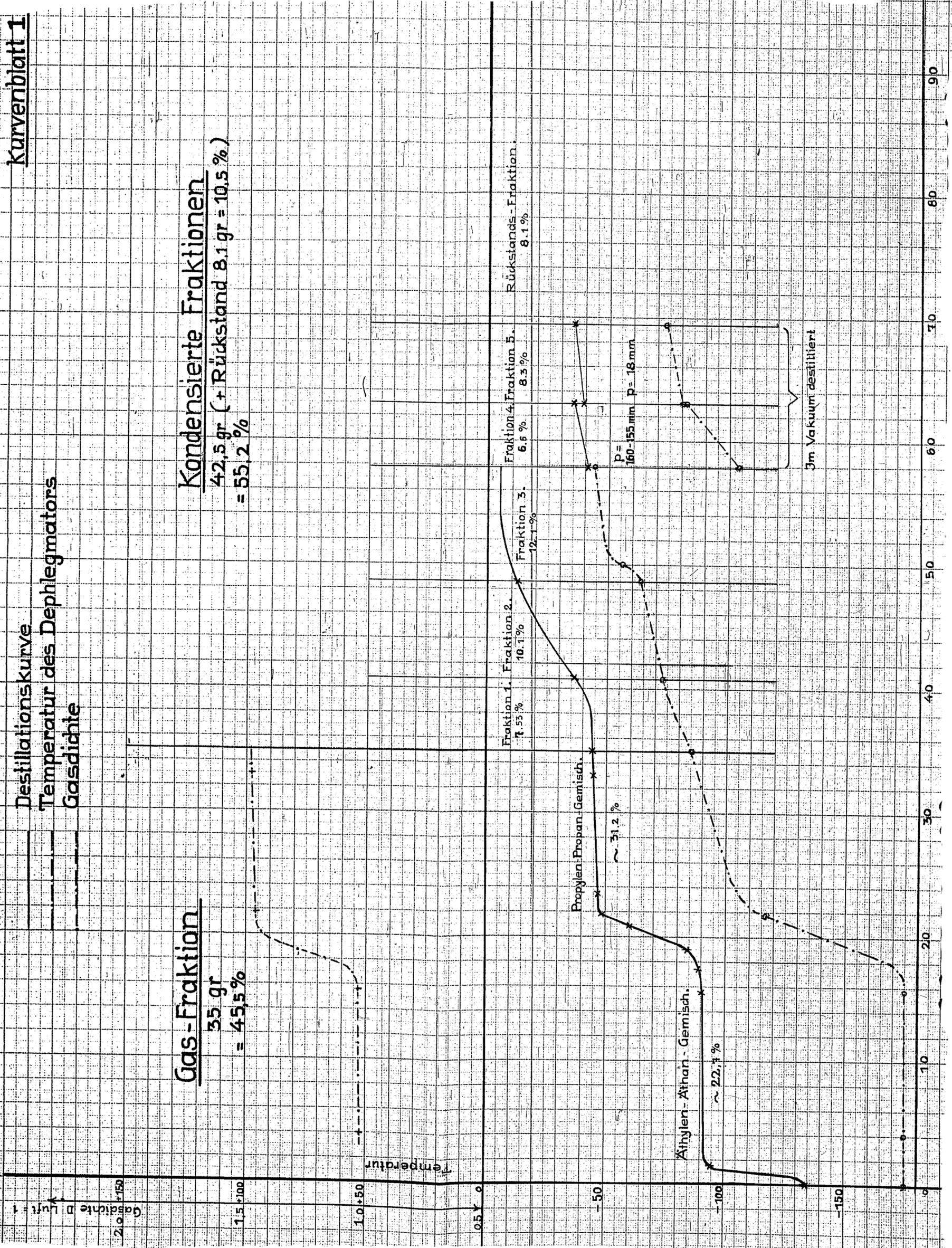
_____ Destillationskurve
 _____ Temperatur des Dephlegmators
 _____ Gasdichte

Gas-Fraktion

35 gr
 = 45,5%

Kondensierte Fraktionen

42,5 gr (+ Rückstand 8,1 gr = 10,5%)
 = 55,2%



FRAKTIONIERTE DESTILLATION VON RUHIGASOL. PRODUKTION SCHOLVEN.

KURVENBLATT 2

DESTILLATIONSKURVE

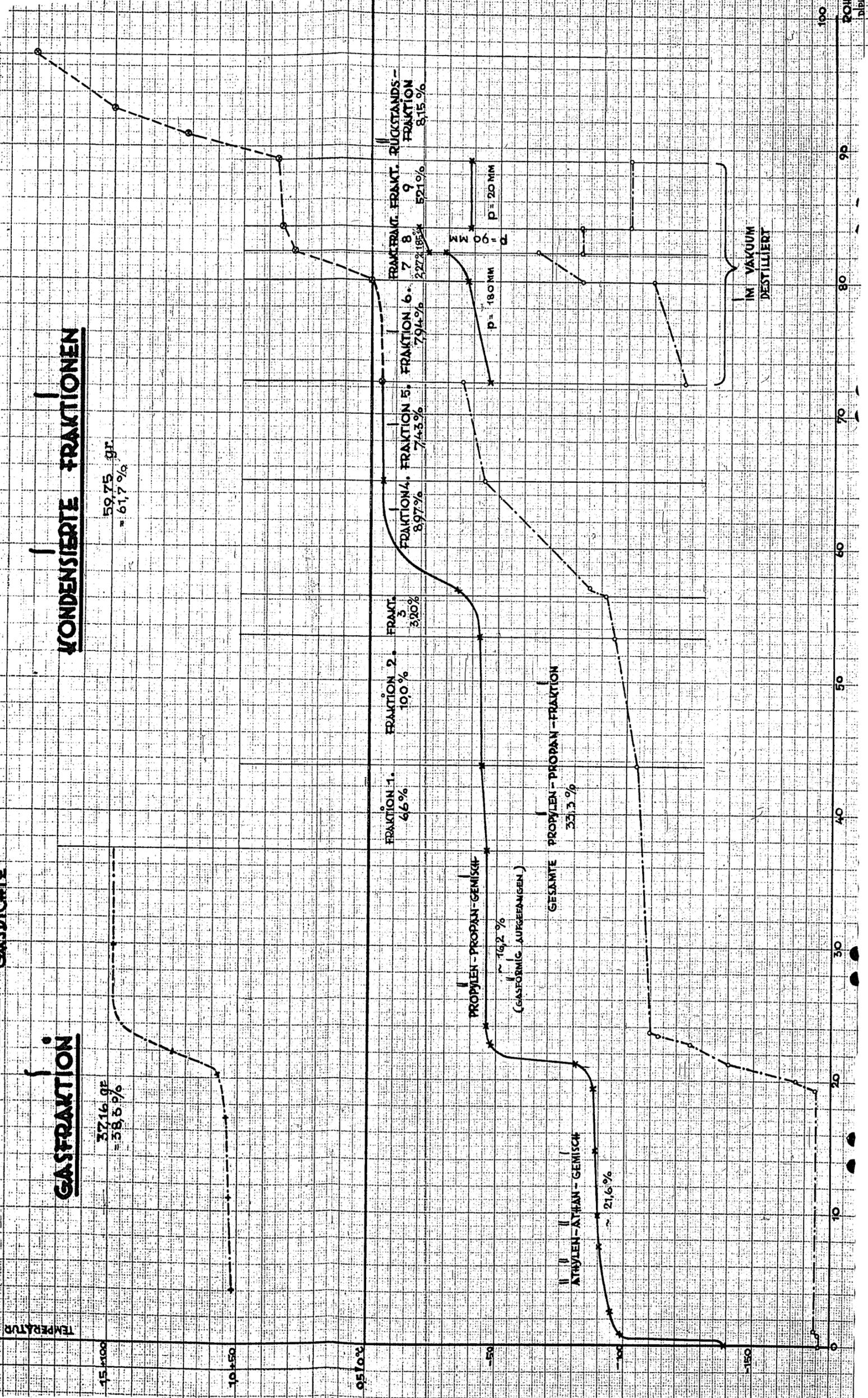
TEMPERATUR DES DEPHLEGIMATORS

SEDEANALYSE DER VAKUUMERAKTIONEN BEI 760 mm HG.

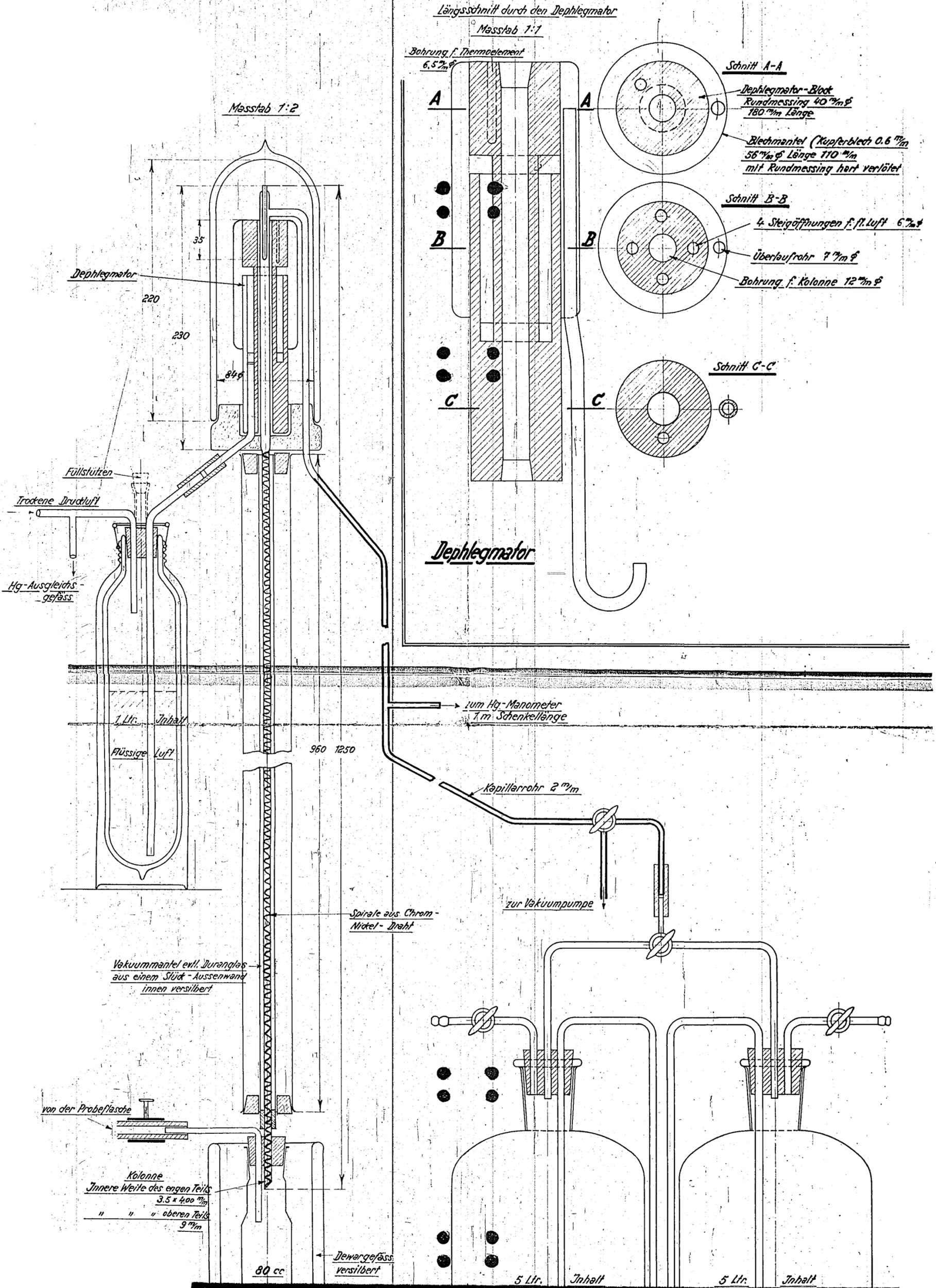
GASDICHTE

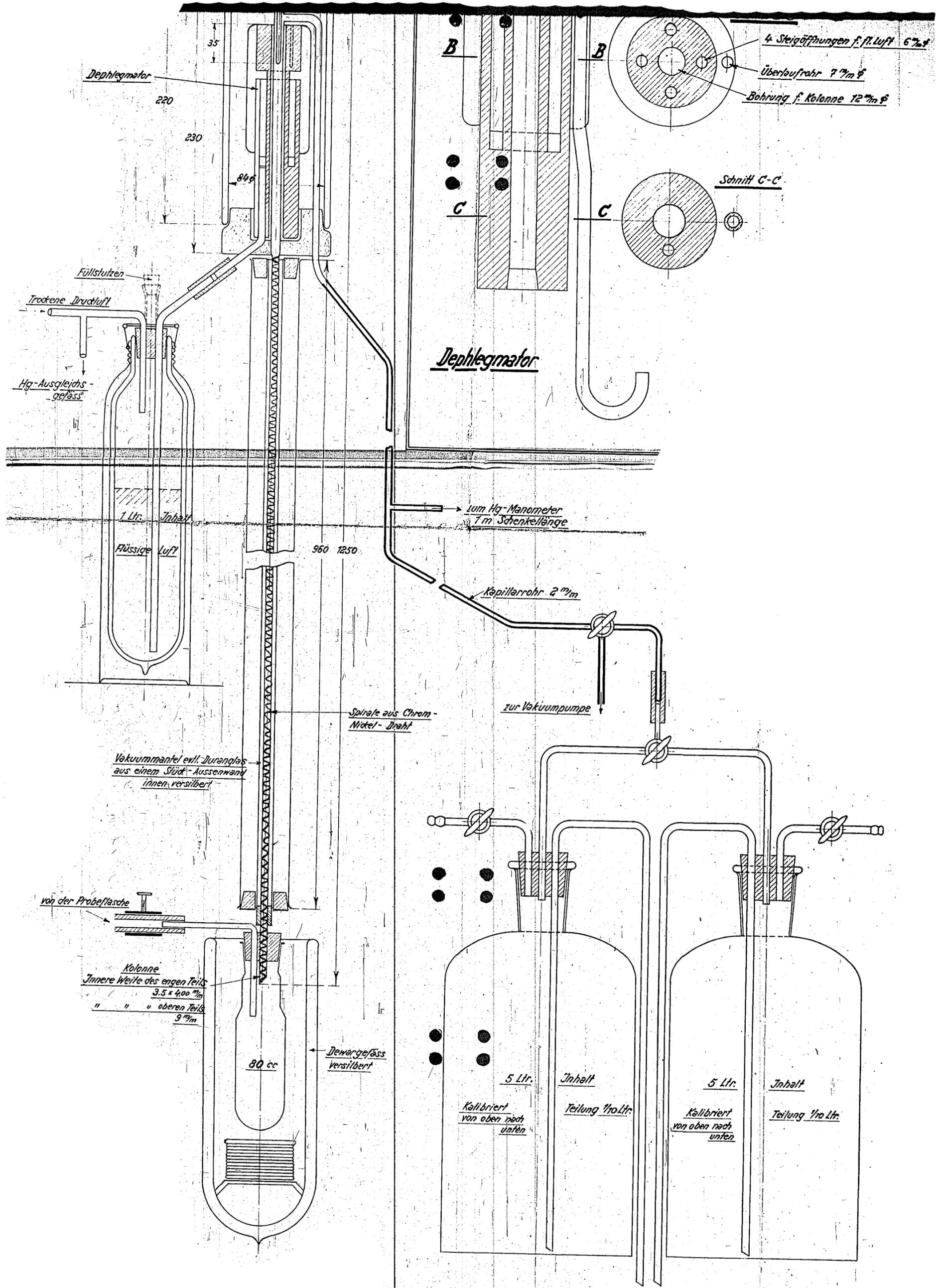
GASFRAKTION

KONDENSIERTE FRAKTIONEN



Destillationsapparat des Benzol-Verbandes für Treibgase





Dephlegmator

220

230

84φ

4 Steigöffnungen f. st. Luft 6mmφ

Überaufrohr 7mmφ

Bohrung f. Kolonne 12mmφ

Schnitt C-C

Dephlegmator

zum Hg-Manometer
1 m Schenkellänge

Kapillarrohr 2mm

zur Vakuumpumpe

Spirale aus Chrom-
Nickel-Draht

Vakuummantel evtl. Duranglas
aus einem Stück-Außenwand
innen versilbert

von der Probeflasche

Kolonne
Innere Weite des engen Teils
3,5 x 400 mm
" " " oberen Teils
9 mm

80 cc

Dewargefäß
versilbert

5 Ltr.

Inhalt

Kalibriert
von oben nach
unten

Teilung 1/10 Ltr.

5 Ltr.

Inhalt

Kalibriert
von oben nach
unten

Teilung 1/10 Ltr.