

Über die Entwässerung von Braunkohlengeneratorteeeren durch Filtration.

Von HANS TROPSCH, Mülheim-Ruhr.

(Eingeg. 9./4. 1923.)

Vor kurzem zeigte Fritz Frank mit Rosenthal, Avenarius und Marckwald in dieser Zeitschrift¹⁾, daß die Entwässerung von technischen Braunkohlenteeeren leicht gelingt, wenn man diese filtriert. Die Verfasser wenden diese Arbeitsweise an, nachdem sie zur Erkenntnis gekommen sind, daß sich das Wasser mit dem Teer in Emulsion befindet, und daß der Emulsionsträger der in Form von Kohlenstaub und Ascheteilchen vorliegende Flugstaub ist. Die Trennung von Teer und Wasser suchen sie dann außer durch Filtration auch noch durch Zusatz von Stoffen wie Fullererde, die die Emulsion stören, zu erreichen.

Es ist nun interessant, daß derselbe Gedankengang die Technik bereits vor Jahren zu demselben Entwässerungsverfahren für Braunkohlengeneratorteeer geführt hat. In einer mitteldeutschen Teerdestillation wurde während des Krieges Braunkohlengeneratorteeer in heizbaren Filterpressen filtriert und eine glatte Abtrennung des Wassers aus dem warmgehaltenen filtrierten Teer erzielt, während der nicht filtrierte Teer keine Neigung zeigte, das Wasser abzuschcheiden. Die Teerfiltration ist gleichzeitig (Nov. 1917) und unabhängig von diesen technischen Versuchen von C. H. Borrmann, Essen, zum Patent angemeldet worden²⁾, als Verfahren zur Entwässerung von Braunkohlengeneratorteeer, „dadurch gekennzeichnet, daß man den Teer in bekannter Weise filtriert und aus dem Filtrat das Wasser mechanisch abtrennt“. Nach einer mir vom Anmelder freundlichst gegebenen Auskunft hatte die Patentanmeldung, die sich ebenfalls auf technische Großversuche stützte, eine große Anzahl von Einsprüchen zur Folge und wurde am 1. 5. 1918 versagt, da in Gattermann „Praxis des organischen Chemikers“, 4. Aufl., Seite 41, bereits der Vorschlag gemacht worden ist, die Scheidung zweier sich nicht ineinander lösenden Flüssigkeiten nach ihrem spezifischen Gewicht durch Absitzenlassen dadurch zu erleichtern, daß man die Flüssigkeiten zusammen filtriert, wobei auf dem Filter die festen, die Emulsion bewirkenden Teilchen zurückbleiben. Dieses Hilfsmittel wird in der genannten Literaturstelle als allgemeiner Anwendung fähig und als stets wirksam hingestellt.

Auch das von Fritz Frank beschriebene Verfahren zur Entwässerung von Generatorteeeren durch Zusatz von Stoffen wie Fullererde, die die Emulsion stören, wird bereits in der Technik angewandt. Es sei hier auf das D.R.P. 338828 der Rütgerswerke A.-G. und E. Theobald³⁾ verwiesen, in dem die Entwässerung von Teeren, Mineralölen usw. durch Zusatz von feinverteilten, in Wasser vollständig oder fast unlöslichen Stoffen beschrieben ist. In der Patentbeschreibung wird erwähnt, daß dabei nach kurzer Zeit eine Trennung des Gemisches und eine deutliche Schichtenbildung eintritt, so daß man einen wesentlichen Teil des Wassers mechanisch abziehen kann, während die vollständige Entwässerung durch nachfolgende Filtration erreicht wird.

[A. 72.]

Neue Apparate.

Viscosistalagmometer.

Nach Dr. v. HAHN.

Zum Viscosimetrieren und Stalagmetrieren von Flüssigkeiten im gleichen Apparat bei allen Temperaturen.

Während man bisher das Viscosimetrieren und Stalagmetrieren von Flüssigkeiten in getrennten Apparaten vornehmen mußte, oder, wie im Traubeschen Apparat nur bei Zimmertemperatur vornehmen konnte, ermöglicht der neue Apparat die Vornahme beider Operationen hintereinander an der gleichen Flüssigkeitsmenge bei allen Temperaturen.

Der Apparat besteht aus einem U-Rohr, dessen einer Schenkel, ähnlich wie bei dem Viscosimeter von Ostwald, durch eine Kapillare gebildet wird, an deren oberem Ende eine Glaskugel angeblasen ist, die oben und unten eine Marke trägt. In dem neuen Apparat wird die Kapillare jedoch nicht in die Verdickung des U-Rohres allmählich übergehend eingesetzt, sondern wird scharf abgesetzt eingeblasen. In den so gebildeten Hohlraum mündet eine dritte Röhre, die ebenfalls die Länge der Schenkel hat und oben durch einen Hahn geschlossen werden kann.

Die Wirkungsweise ist die folgende. In den weiten Schenkel füllt man 15 ccm der zu untersuchenden Flüssigkeit ein. Dann schließt man den Hahn und drückt durch Blasen in das weite Rohr die Flüssigkeit durch die Kapillare in die Kugel hinauf, bis sie über die obere Marke dieser gekommen ist. Zum Viscosimetrieren läßt man nun bei

geschlossenem Hahn die Flüssigkeit unter dem Druck der eigenen Schwere durch die Kapillare fließen und bestimmt, in welcher Zeit das Volumen der Kugel ausgeflossen ist. Nach den bekannten Formeln kann man aus dieser Zeit die Viscosität der Flüssigkeit errechnen. Zum Stalagmetrieren öffnet man nach Füllen der Kugel den Hahn; dadurch sinkt das Flüssigkeitsniveau unter das untere Kapillarendes so weit, daß die Flüssigkeit aus der Kapillare austropft. Man zählt nun die Tropfen, die sich durch Ausströmen des Kugelinhalts bilden. Aus dieser Zahl kann man die statische Oberflächenspannung der Flüssigkeit errechnen. Der Apparat kann während der Messungen in jedes Temperaturbad eingehängt werden; er wird im allgemeinen aus Glas hergestellt, für Messungen bei den höchsten Temperaturen jedoch aus Quarz.

Das neue gesetzlich geschützte Viscosistalagmometer ist durch die Möglichkeit des Viscosimetrierens und Stalagmetrierens der gleichen Flüssigkeitsmenge bei allen Temperaturen gekennzeichnet.

Alleiniges Herstellungs- und Vertriebsrecht besitzt die Firma Janke & Kunkel, Akt.-Ges., Fabrik chemischer Apparate, Köln a. Rh.

Aus Vereinen und Versammlungen.

28. Hauptversammlung der Deutschen Bunsengesellschaft für angewandte physikalische Chemie in Hannover am 10.–13. Mai 1923.

A. Zusammenfassende Vorträge über das Thema: Zur physikalischen Chemie des kristallisierten Zustandes.

Prof. Dr. B. Gross, Greifswald: „*Ergebnisse der Röntgenuntersuchungen über den Kristallbau*“. In der Chemie, ebenso wie in der Kristallographie, hatte die Annahme kleinster unteilbarer Partikelchen die größten Erfolge gezeitigt, auch wenn sie als bloße Arbeitshypothese aufgefaßt und eine volle Verschmelzung der beiden Vorstellungskreise nur gelegentlich versucht wurde. Der Chemiker dachte sich den Kristall aus Molekülen aufgebaut, wie sie ihm im Reagenzglasversuch in der Flüssigkeit oder im physikalischen Experiment im Gasezustand entgentreten; der Kristallograph und Mathematiker arbeitete die Anordnungsmöglichkeiten der kleinsten Partikel im Kristall bis zur vollständigen, heute noch gültigen Abgeschlossenheit aus, ohne sich um die chemische Bedeutung der logisch und geometrisch aufgeführten Gebäude zu kümmern. Die heute gebrauchten geometrischen Ableitungen sind bereits 1891 von A. Schönflies und beinahe gleichzeitig von dem russischen Kristallographen Fedorow gegeben, doch die einzigen Vorstöße zur chemischen Füllung der geometrischen Formeln sind wohl von Groth und von Barlow gemacht worden. So bleibt uns heutzutage noch die Arbeit des Verschmelzens von Chemie und Kristallographie, eine Arbeit, die bisher nur teilweise von Erfolg gekrönt ist. Über die Natur der zum Gitteraufbau verwendeten Partikeln sagt die abstrakte geometrische Ableitung nichts aus und doch hat Groth bereits beträchtliche Zeit vor der Röntgenanalyse des Gitters angenommen, daß die Punkte eines Punktsystems mit einzelnen Atomen besetzt seien. Im Anschluß an die Grothsche und die Barlowsche Betrachtungsweise suchen wir heute in die Geheimnisse des Gitterbaues einzudringen und der Vortr. gibt einen kursorischen Überblick über die neuerdings bekannt gewordenen Gitter. Für den Chemiker ist die interessante Grundeigenschaft aller kristallinen Atomanhäufungen bemerkenswert, daß die Analyse ein stöchiometrisches Verhältnis der einzelnen Komponenten ergibt, das genau mit dem valenzchemisch für das Molekül geltenden Verhältnissen übereinstimmt, doch stößt man in allen gut untersuchten Fällen auf Schwierigkeiten, wenn man versucht, Molekülverbände im Gitter wieder zu finden. Es werden die Verhältnisse am Chlornatriumgitter erörtert, ferner am Beispiel des Kupferkieses und des Zirkongitters. Auch das Calcit-, das Rutil- und Dolomitgitter werden erörtert. Des näheren werden dann die Bragg'schen Arbeiten erörtert. Es ist bemerkenswert, daß mit dem Bragg'schen Prinzip durchaus nicht alles gesagt ist und es ist in dieser Hinsicht besonders auf die Schwierigkeiten bei den Kohlenstoffmodifikationen hinzuweisen. Der Überblick über das bisher an Strukturdeutungen Geleistete läßt von der bloßen Vermehrung des Tatsachenmaterials in Form neuer Gittertypen nicht allzuviel erhoffen. Vielleicht werden hier zwei andere Wege zum Ziele führen; der erste ist die Feststellung der mit einem Gitterteil verbundenen Ladungsgröße auf Grund verfeinerter Intensitätsmessungen, die weitere Aufschlüsse bringen kann; der zweite Weg, der vielleicht gewagt erscheint, ist eine gänzlich geänderte Betrachtungsart, z. B. die bereits in Angriff genommene Messung der vektoriiellen Kristallbindungskräfte im Kohäsionsversuch, die das Geheimnis der Atomaggregierungsweise im festen Zustand entschleiern helfen kann.

Diskussion: Prof. Reis, Karlsruhe, bemerkt, es sei von Prof. Groß Bezug genommen worden auf einige Überlegungen, die er vor einigen Jahren veröffentlicht habe. Um Mißverständnisse zu vermeiden, möchte er hierzu erklären, daß naturgemäß die kurzen Ausführungen des Vortr. sich nicht decken konnten mit den von Reis veröffentlichten Überlegungen. Es spielen die Abstände unmittelbar benachbarter Atome eine entscheidende Rolle, aber es muß unbedingt die Gesamtheit der Erscheinungen in Rechnung gestellt werden. Was

¹⁾ Ztschr. f. angew. Chem. 36, 141 [1923].

²⁾ Patentanmeldung B 84008 IV/12r, ausgelegt am 31. I. 1918.

³⁾ C. 1921 IV. 674.