

HAZAI SZÉNMIN-TÁK INFRAVÖRÖS SPEKTROSKÓPIAI VIZSGÁLATA, II.

Írta: SIPOS SÁNDOR és SIPOSNÉ KEDVES ÉVA

A barnaszének bitumentartalma, valamint a svélezés útján nyerhető kátrány mennyisége a szének ipari feldolgozása és alkalmazása szempontjából jelentős. Ezzel a témakörrel kapcsolatban mind a hazai, mind a külföldi szakirodalomban számos vizsgálati eredmény található [1—12]. Ezek a munkák elsősorban mindkét anyagra vonatkozó analitikai módszereket közöltek, ismertették a kapott vegyületek szétválasztási- és alkalmazási lehetőségeit.

Az irodalmi utalások egybehangzó megállapítása szerint a szenes rétegeket képező növényi anyagok vegyületei közül, a lipoidok a legellenállóbbak, melyek nemcsak a biológiai mállás, hanem a szénülés folyamán is jelentékeny tartományon belül megmaradnak. Viszonylag ellenállóak a felszíni oxidációval szemben is, ezért felhalmozódnak. Ezeknek a vegyületeknek alig vagy csak polimerizációsán átalakult tőzeg és kőszénbeli származékait nevezik a szénkémiai bitumennek, amely viszonylag alacsony hőfokon organikus oldószerekkel extrahálható. A bitumen főleg viaszból és gyantából, kémiaiilag tekintve túlsúlyban észter és gyantasav magasabb szénatomszámú alkohollal képzett vegyületeiből áll.

Dolgozatunkban a különböző lelőhelyekről származó különböző korú és szénülésfokú szénmintákon végzett szénanalitikai meghatározásainkról és ugyan-ezen szénmintákról készített infravörös spektroszkópiai felvételekkel kapcsolatos vizsgálatainkról számolunk be. Extraháltuk a minták bitumen tartalmát benzol-alkohol eleggyel. Megállapítottuk a Fischer-féle alumínium retortában 550 °C-ig végrehajtott lepárlás útján nyerhető kátránytartalom mennyiségét. Célul tűztük ki az analitikailag meghatározható bitumen mennyisége, a fent megadott körülmények között nyerhető kátránytartalom és a szének infravörös spektruma közötti összefüggések vizsgálatát. A különböző lelőhelyekről származó egyedi minták mellett két széntelep egy, ill. két aknájában a szénfalról függőleges irányban vett mintasorokon végeztünk méréseket.

Vizsgálatainkat az alábbi lelőhelyekről származó egyedi mintákon és mintasorozatokon hajtottuk végre:

I. Ecséd. Felszíni fejtésből származó szép fásszerkezetű egyedi darab, a telep pleisztocén képződmény.

II. Herend. Átlagos fás szerkezetű minta. A miocén korú telep alsó rétegéből származik.

III. Torony. Próbafúrásból származó földes szerkezetű xilit, pliocén korú minta.

IV. Dorogi szénmedence. T 421 sz. fúrás 324,6—325,2 m. magminta, alsó eocén palás szenes márga.

V. Dorog. X. akna, Paula B mező, Paula telepi fekv. közelében, oligocén korú minta.

VI. Dorog. VI. akna, 203 szint, I. mélyereszke eocén korú minta.

VII. Tatabánya. VI. akna Ny-i bányamező +72 szint, alsó eocén barnakőszén.

VIII. Tatabánya. XV. akna, D-i bányamező —83 szint alsó eocén barnakőszén.

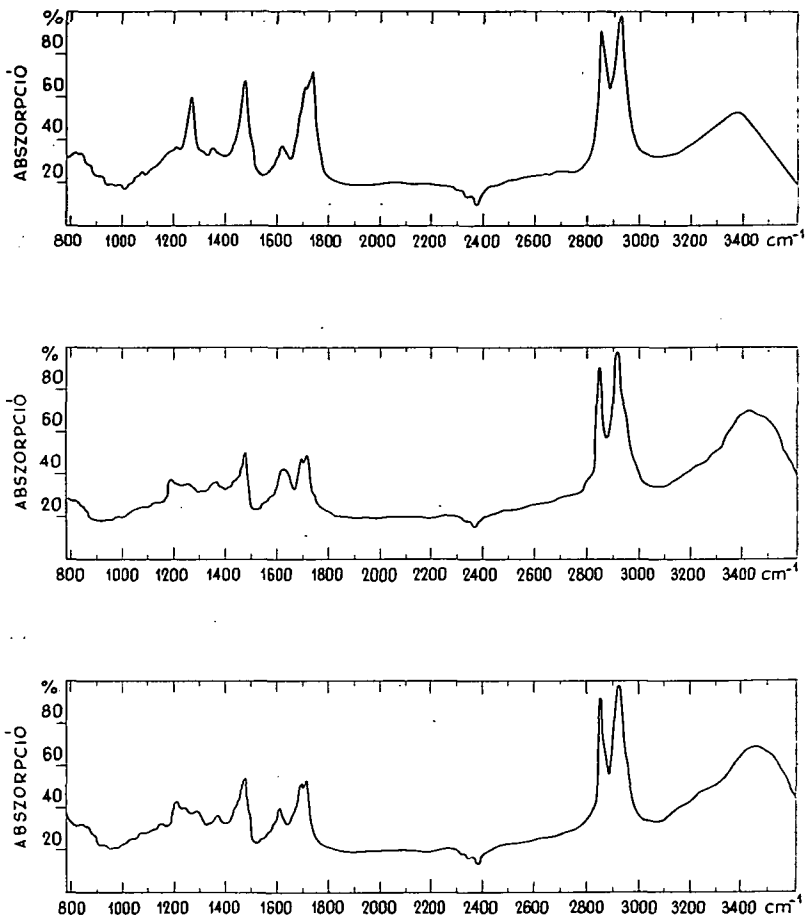
IX. Balinkabánya. Ny-i bányamező 301 Front III. telep. +32,45 szint eocén barnakőszén.

X. Kisgyónbánya. Béke akna, 7 Front III. telep +163,70 szint, eocén barnakőszén.

XI. Oroszlány. XXI. akna padonkénti teljes telepszelvény minta a széntelep alsó és felső szelvényéből. Eocén korú képződmény. A felsőszeleti minták csigás márga fedő alatt elhelyezkedő fényes szénfalból származnak. A mintasor vétele függőleges irányban felülről lefelé történt, a minták 1—14 sorszámmal rendelkeznek. Közök után az alsószeleti mintasort vékony réteg fényesszén vezet, be,

az innen származó minták sorszáma 15, 16. Az égő pala rétegből származó minták sorszáma 17—22. A fekü szintje +88,0, minősége márga.

XII. Kisgyónbánya. Eocén korú III. széntelepének két aknájából vett teljes telepszelvény. A Béke akna fekjének tengerszint feletti magassága +165,00, a KISZ akna fekjének tengerszint feletti magassága +120. A minták vétele a fenti szempontok szerint történt. A Béke akna mintáinak sorszáma 1—12, a KISZ akna mintáinak sorszáma 13—25.



1. ábra. a) Benzollal extrahált bitumen infravörös spektruma, b) Alkohollal extrahált bitumen infravörös spektruma, c) Benzol-alkohol 1:1 elegyével extrahált bitumen infravörös spektruma.

A spektroszkópiai felvételeket UR 10 típusú VEB Zeiss Jena gyártmányú spektroszkóppal készítettük, az alkalmazott módszert előző dolgozatunkban [13] adtuk meg. A káliumbromid kis mértékű saját abszorpciójának kompenzálására és az alap-abszorpció csökkentésére az egyesítő sugárba újabb előtétet helyeztünk káliumbromidból. Az extrahálható bitumen és a barnaszén kátránytartalmának vizsgálata szempontjából csupán a 700 és 3000 cm^{-1} hullámhossz tartomány jelentős. Mivel más széntartalmú anyagokat, ásványi alkotórészeket és szerkezetileg jelentős csoportokat is figyelemmel akartunk kísérni, a minták teljes spektrumát tehát a 400—3800 cm^{-1} hullámszámig készítettük el és használtuk fel.

Tekintettel arra, hogy az extrahálószer minősége befolyásolja a szénmintákból nyerhető bitumen mennyiségét és minőségét, ezért először az extrahálószernek a bitumen összetételére gyakorolt hatását kívántuk megvizsgálni a bitumenről készített spektrumok alapján. Bitumenben gazdag tatabányai szénmintát (VIII) *Sohxlet* készülékben benzollal, alkohollal és benzol-alkohol 1:1 arányú elegyével extraháltunk. Az oldószer ledesztillálása után nyert bitumenről készített infravörös spektrumok különböztek egymástól a CH₂-csoportok kötésének intenzitásában amint az, az 1. ábra a, b, c felvételein látható. A benzollal extrahált bitumenben az extinkciók 720—725, 1130, 1170 és 1470 cm⁻¹ hullámszámoknál, valamint a CO-kötés alifás észtere következtében 1750 cm⁻¹-nél magasabb. Ez azzal magyarázható, hogy a benzollal extrahált bitumenekre jellemzőbbek a hosszú szénláncú alifás észterek, mivel alkohollal, illetve, benzol-alkohol eleggyel extrahálva gyanta és aszfalt jellegű szennyeződések különböző mennyiségben is belekerülhetnek az extrahálás során.

A barnaszén bitumen viasz-gyanta összetétele a lelőhelyek képződésmódjától függ. W. PRESTING [6, 7] megállapítása szerint a trópusi és szubtrópusi klíma elősegítette a meleget kedvelő növények virágzását úgy, hogy ezáltal viasztartalmú szénbitumenek képződhetnek, míg a zordabb klíma a gyantatartalmú szén kialakulását segítette elő.

A tiszta montánviasz és gyanta spektrumában ugyanúgy a magasabb bitumentartalmú barnaszénből származó asszimmetrikus CH₂-valenciarezgés kötése is 2920...30 cm⁻¹ hullámszámnál a legjellemzőbbek. Kézenfekvő annak vizsgálata, hogy a különböző barnaszéneknel az infravörös spektrum alapján a fenti hullámszámnál számított extinkciók és a benzol-alkohol 1:1 arányú elegyével történő extrakció útján meghatározott bitumentartalom között milyen összefüggés állapítható meg.

Az infravörös spektrumok meghatározott kötésének gyors kvantitatív értékelésénél gyakran az alapeljárást alkalmazzuk [14]. Az extinkciót BEER—LAMBERT törvénye alapján számítottuk ki.

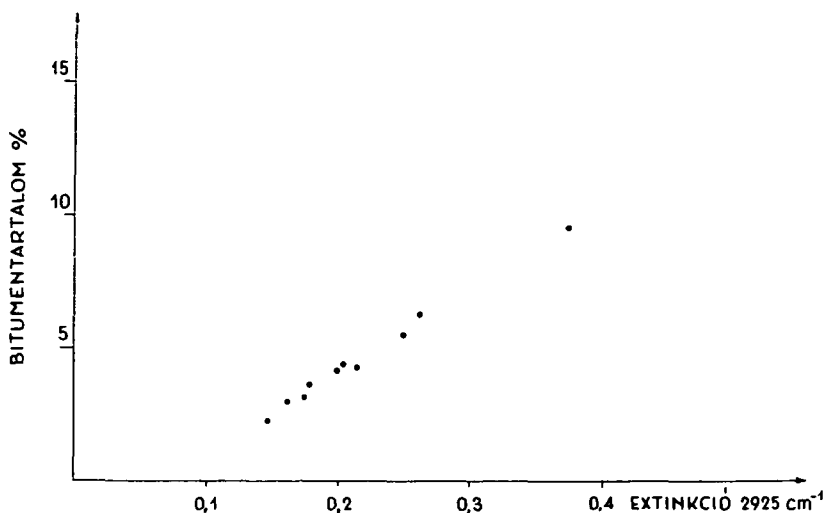
1. táblázat

Sorszám	Lelőhely	Extinkció 2925 cm ⁻¹	Extrahált bitumen tartalom %
I.	Ecséd	0,147	2,25
II.	Herend	0,163	3,03
III.	Torony	0,175	3,12
IV.	Dorog	0,206	4,37
V.	Dorog	0,251	5,52
VI.	Dorog	0,201	4,12
VII.	Tatabánya	0,261	6,26
VIII.	Tatabánya	0,376	9,62
IX.	Balinkabánya	0,214	4,26
X.	Kisgyónbánya	0,182	3,62

Az 1. táblázatban különböző lelőhelyekről származó szénminták infravörös spektrumának a 2925 cm⁻¹ hullámszámnál meghatározott extinkció értékeit és a benzol-alkohol extrakcióval nyerhető bitumentartalmat tüntettük fel.

Az 1. táblázat adatait a 2. ábrán grafikusán szemléltettük. A táblázat eredményeiből látható, hogy nagyobb extinkció érték magasabb bitumentartalomra utal,

tehát a 2925 cm^{-1} hullámszámnál mutatkozó extinkció alapján a szén bitumentartalmára következtethetünk. A kötések értékelése teljesen eltérő típusú szénminták vizsgálatánál is megnyugtató eredményekhez vezetett. Természetesen különböző lelőhelyről származó néhány minta vizsgálata alapján nem vonható le általános törvényszerűség, figyelembevéve azt a tényt is, hogy ezen szenek bitumenextraktumának a származástól függően sokféle összetétele lehet.



2. ábra

Ezen tényezők kiküszöbölése céljából két széntelep egy, ill. két aknájában gyűjtött mintasorozaton végeztük vizsgálatainkat, azzal a céllal, hogy nagyobb számú azonos kiindulási anyagból, azonos képződési körülmények között keletkezett szénminták esetében a 2925 cm^{-1} hullámszámnál mutatkozó extinkció és a bitumentartalom között összefüggést állapíthassunk meg.

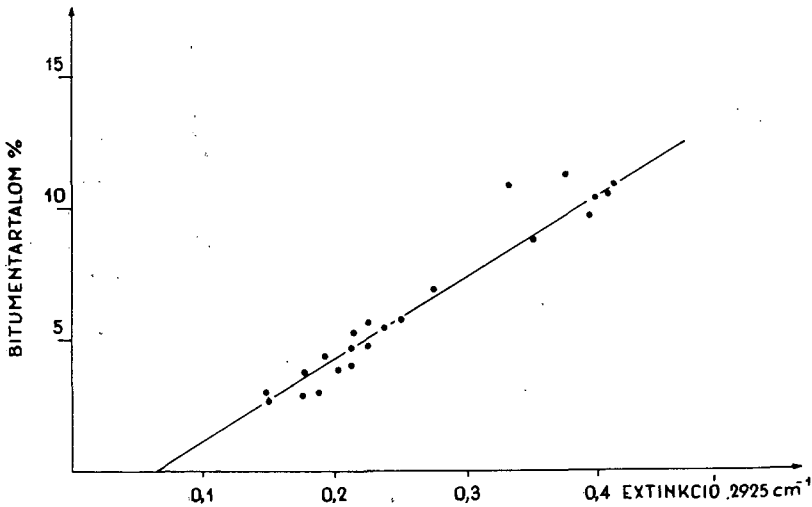
A 2. táblázatban az Oroszlányi XXI akna mintasoráról készített vizsgálati eredményeket foglaltuk össze. A minták sorszáma mellett, feltüntettük az infravörös spektrumok alapján a 2925 cm^{-1} hullámszámnál meghatározott extinkciót, a benzol-alkohol extrakció útján nyerhető bitumen tartalmat. Ezeket az adatokat a 3. ábrán szemléltettük. Tekintettel arra, hogy a bitumentartalomnak az extinkció függvényében történő ábrázolása során, számos eredmény egy egyenesre határoz meg, ill. annak környezetében található, meghatároztuk ennek az egyenesnek az egyenletét. A vizsgált mintasorozatra az alábbi egyenletet számítottuk ki:

$$y = 30,26x - 2,06$$

ahol y az egyenlet alapján számított bitumentartalmat, x pedig a 2925 cm^{-1} hullámszámnál mutatkozó extinkciót jelenti. A 2. táblázat 4. oszlopában feltüntettük az egyenlet alapján számított bitumentartalmat, végezetül a Δy az extrakció útján meghatározható és az egyenlet segítségével számított bitumentartalom közötti differenciát adja meg.

2. táblázat

Sorszám	Extinkció 2925 cm ⁻¹	Bitumen tartalom %		Differencia Δ y
		mért	y = 30,26 × — 2,06 számított	
1	0,213	4,63	4,39	-0,24
2	0,237	5,37	5,11	-0,26
3	0,250	5,62	5,50	-0,12
4	0,211	4,03	3,32	-0,71
5	0,228	5,62	4,84	-0,78
6	0,225	4,88	4,75	-0,13
7	0,215	5,25	4,45	-0,80
8	0,202	3,93	4,05	+0,12
9	0,188	2,89	3,63	+0,74
10	0,192	4,37	3,75	-0,62
11	0,177	3,74	3,30	-0,44
12	0,175	2,87	3,23	+0,36
13	0,155	2,71	2,63	-0,08
14	0,148	4,62	2,42	-2,20
15	0,275	6,87	6,26	-0,61
16	0,348	8,75	8,47	-0,28
17	0,330	10,88	7,90	-2,98
18	0,372	11,24	9,20	-2,04
19	0,408	12,55	10,28	-2,27
20	0,398	10,37	9,98	-0,39
21	0,415	10,50	10,55	+0,05
22	0,392	9,62	9,80	+0,18



3. ábra

Amint a 2. táblázat adatai alapján látható az analitikailag meghatározott és az egyenlet alapján számított értékek közötti differencia a minták zöménél $\pm 1\%$ alatt maradt. A 14, 17, 18, 19 minták jelentős, 2% feletti eltérésének magyarázatára további

vizsgálatokat végeztünk. Megállapítást nyert, hogy mind a négy minta magas ásványi anyag tartalommal rendelkezett, feltehetően ez okozta a jelentős eltérést. $+\Delta y$ -t azok a minták mutattak, amelyek spektruma agyagtartalomra utalt, amely az extrakció alatt a bitumen egy részét képes adszorptíve visszatartani.

A 3. táblázatban a kisgyóni széntelep két különböző aknájából vett mintasoron végzett vizsgálati eredményeket foglaltuk össze, az analitikailag meghatározható bitumentartalmat a 2925 cm^{-1} hullámszámnál mutatott extinkció függvényében a 4. ábrán tüntettük fel. Az azonos széntelepből származó két különböző akna megvizsgált szénmintáinak adatai, amint az a 4. ábrán látható, megközelítőleg egy egyenesbe esnek. Ezekből az eredményekből új egyenletet számolhattunk,

$$y = 58,1x - 4,26$$

az egyenes meredekebb, mint az előző. Amint a 3. táblázatban látható a Δy értéke egyetlen esetet kivéve $\pm 2\%$ alatt maradt, amely a szakirodalom alapján elfogadható. A 24-es minta esetében jelentős $+\Delta y$ értéket tapasztaltunk. A minta spektrumában a $475, 540, 920, 1015, 1040$ és 1140 cm^{-1} -nél levő kötések magas agyagtartalomra engednek következtetni, amely az előzőekben említett abszorpciót okozza.

H. JACOB [8, 9] közelítőleg lineáris kapcsolatot fedezett fel a barnaszén bitumentartalma és remissziós foka között. Ez a módszer azon a megfigyelésen alapul, hogy a szén bitumentartalma annál magasabb, minél világosabb a minta színe. H. JACOB fedezte fel, hogy a bitumen mennyisége és a lelőhely típus között kapcsolat van és azt javasolta, hogy minden lelőhely számára készítsenek saját hitelesítő görbét.

A barnaszének bitumentartalma és a $2920\text{--}30\text{ cm}^{-1}$ hullámszámnál mutató extinkció között lineáris kapcsolatot állapíthattunk meg, amint az a 3., 4. ábrán látható. A kisgyóni széntelep két különböző aknájában végzett vizsgálatok azt igazolják, hogy az egyenes nemcsak egy aknára, hanem a széntelepre jellemző és kapcsolatban van a szénülés során átalakult kiindulási anyag minőségével és a szénülés körülményeivel.

A bitumentartalom mellett a kátránytartalom lényeges ismertetőjegye a barnaszéneknek, azok jellemzése és felhasználása szempontjából jelentős.

A. LISSNER és W. GÖBEL [2] rámutatott arra, hogy a kátránytartalom és a benzolalkohol eleggyel extrahálható bitumen mennyisége között megközelítően proporcionális kapcsolat áll fenn. Megállapította, hogy ez az összefüggés csak azokban az esetekben érvényes, ha a szén anyagában a legfontosabb kátrányképző szerepét a bitumen tölti be. A magas cellulóztartalmú xilitek esetében ez a megállapítás nem érvényes, mert a tiszta cellulóz svélezéskor mintegy 26% kátrányt ad.

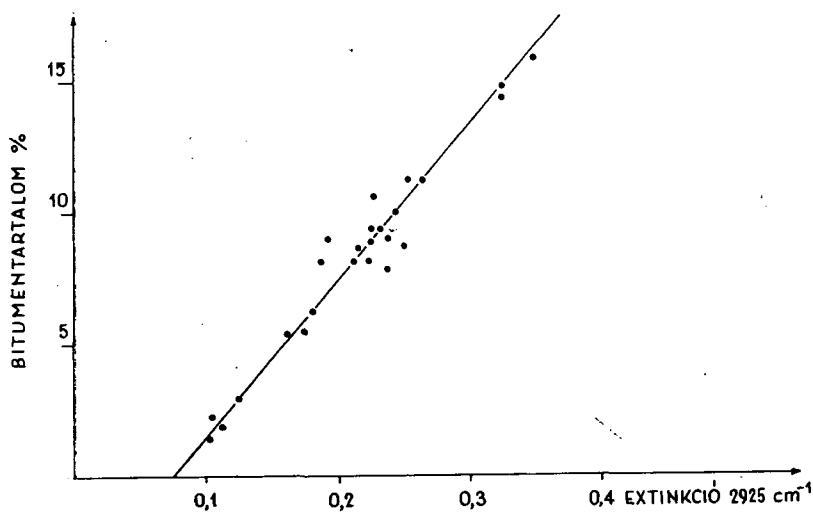
Az idézett irodalmi utalás alapján döntöttük el, hogy meghatározzuk mintáink hevítéssel nyerhető kátránytartalmát és megvizsgáljuk az előzőekhez hasonlóan a kátránymennyiség és az infravörös spektrum $2920\text{--}30\text{ cm}^{-1}$ hullámhossz tartományban jelentkező kötések intenzitásának kapcsolatát.

Az aprított és súly szerint bemért mintát Fischer-féle alumínium retortában $550\text{ }^\circ\text{C}$ -ig hevítettük. A párlási kátrány mennyisége akkor jellemző, ha tiszta szénre vonatkoztatjuk, minősége a szenet képező anyag összetételére, vegyületeinek arányára jellemző. A táblázatokban szereplő adatokat ennek az elvnek figyelembevételével határoztuk meg.

A 4. táblázatban az oroslányi szénmedence XXI. aknájának mintasoráról készített infravörös spektrumok $2920\text{--}2930\text{ cm}^{-1}$ hullámhossz tartományban meg-

3. táblázat

Sorszám	Extinkció 2925 cm ⁻¹	Bitumen tartalom %		Differencia Δ y
		mért	$y = 58,1x - 4,26$ számított	
1	0,262	11,25	10,96	-0,29
2	0,242	10,04	9,80	-0,24
3	0,231	9,38	9,16	-0,22
4	0,237	9,07	9,51	+0,44
5	0,214	8,62	9,17	-0,45
6	0,212	8,13	8,06	-0,07
7	0,180	6,25	6,19	-0,06
8	0,161	5,37	5,09	-0,28
9	0,187	8,12	6,60	-1,52
10	0,125	3,13	3,00	-0,13
11	0,112	1,87	2,25	+0,38
12	0,102	1,38	1,67	+0,29
13	0,325	14,87	14,62	-0,25
14	0,325	14,37	14,62	+0,25
15	0,351	15,87	16,13	+0,26
16	0,252	11,24	10,38	-0,86
17	0,226	10,62	8,87	-1,75
18	0,223	8,87	8,70	-0,17
19	0,225	9,37	8,81	-0,56
20	0,250	8,75	10,26	+1,51
21	0,237	7,87	9,51	+1,64
22	0,224	8,12	8,75	+0,63
23	0,195	9,05	7,07	-1,98
24	0,172	5,49	8,87	+3,38
25	0,105	2,25	1,84	-0,41

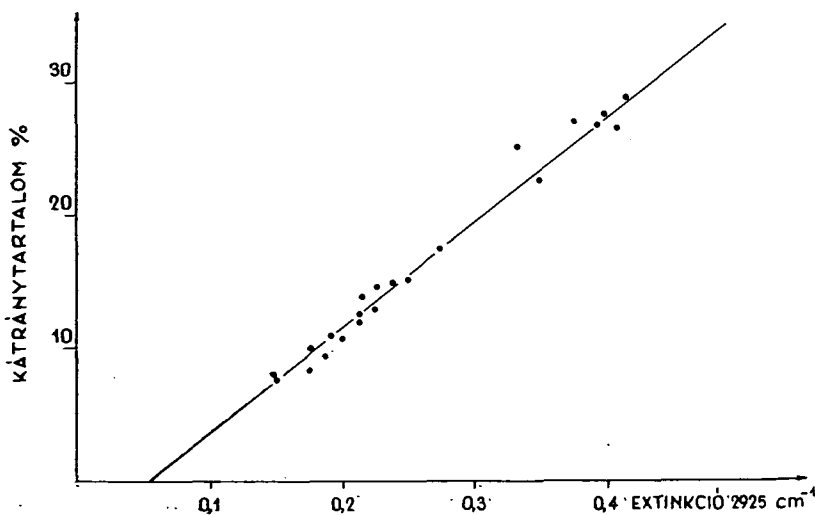


4. ábra

határozott extinkció értékeit és a mért kátránytartalmat tüntettük fel. A táblázat adatai alapján látható, hogy magas extinkció értékeknek magas kátránytartalom felel meg. A mért kátránytartalmat az 2925 cm^{-1} -nél meghatározott extinkció függvényében ábrázolva az 5. ábrán tüntettük fel. A bitumentartalomhoz hasonlóan

4. táblázat

Sorszám	Extinkció 2925 cm^{-1}	Kátránytartalom %		Differencia Δy
		mért	$y = 81,1x - 5,06$ számított	
1	0,213	12,50	12,21	-0,29
2	0,237	14,75	14,16	-0,59
3	0,250	15,04	15,21	+0,17
4	0,211	11,74	12,05	+0,31
5	0,228	14,23	13,43	-0,80
6	0,225	12,78	13,19	+0,41
7	0,215	13,76	12,37	-1,39
8	0,202	10,53	11,32	+0,79
9	0,188	9,24	10,19	+0,95
10	0,192	10,74	10,51	-0,23
11	0,177	9,71	9,29	-0,42
12	0,175	8,24	9,13	+0,89
13	0,155	7,60	7,51	-0,09
14	0,148	8,01	6,94	-1,07
15	0,275	17,13	17,24	+0,11
16	0,348	22,51	23,16	+0,65
17	0,330	24,96	21,70	-3,26
18	0,372	27,03	25,11	-1,92
19	0,408	26,53	28,03	+1,50
20	0,398	27,51	27,21	-0,30
21	0,392	26,84	26,73	-0,11
22	0,415	28,75	28,62	-0,13



5. ábra

az így nyert adatok egy egyenest határoznak meg, amely alapján a következő egyenlet adható meg:

$$y = 81,1x - 5,06$$

ahol $x = a$ 2925 cm^{-1} hullámszámnál levő extinkció, $y =$ az extinkció alapján számított kátránytartalom.

Az 5. táblázat negyedik oszlopában az előzőekben megadott egyenlet alapján számított kátránytartalmat, végül az ötödik oszlopban a mért és a számítás útján nyert adatok közötti differenciát adtuk meg. Az eltérés $\pm 2\%$ alatt mozog, a 17-es minta kivételével. A jelentős negatív irányú eltérést már a bitumen tartalom meghatározása során is tapasztaltuk, amely %-os arányban a kátrányhozam tekintetében tovább nőtt. A 2. táblázatban 2% fölötti eltérést mutató 18. és 19. minta a kátránytartalom meghatározása során is jelentős, de ebben az esetben 2% alatti Δy -t adott.

A kisgyóni széntelep két aknájának mintasorán végzett kátránytartalommal kapcsolatos vizsgálataink eredményeit az 5. táblázatban, és a 6. ábrán tüntettük fel. Az adatokat az előzőekben megadottak szerint, ugyanolyan sorrendben helyeztük el. Amint az a 6. ábrán látható a mérés útján meghatározott kátránytartalom az extinkció függvényében ábrázolva az alábbi adatokkal jellemezhető egyenes környezetben található:

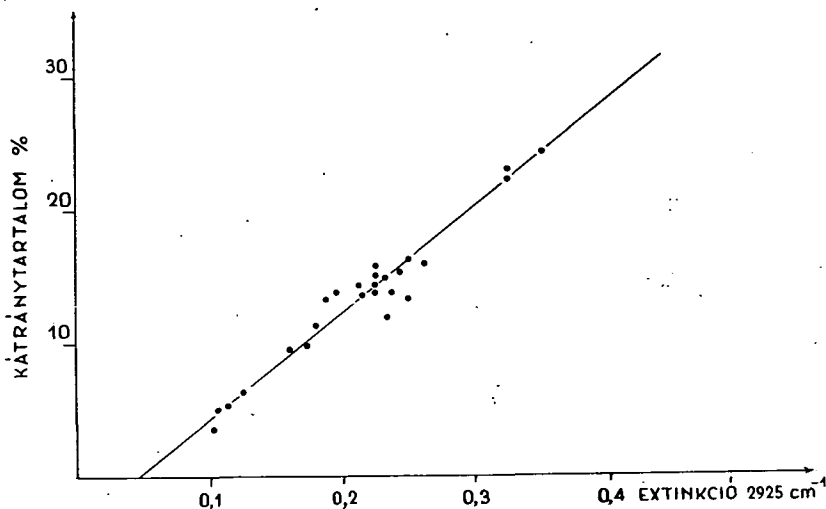
$$y = 79,6x - 3,69$$

A mért és számított kátránytartalom közötti különbség zömmel $\pm 2\%$ alatt maradt. Eltérést ettől három esetben a 9, 20, 21 minták esetében tapasztaltunk. A 9.

5. táblázat

Sorszám	Extinkció 2925 cm^{-1}	Kátránytartalom %		Differencia Δy
		mért	$y = 79,6x - 3,69$ számított	
1	0,262	16,03	17,15	+1,12
2	0,242	15,26	15,57	+0,31
3	0,231	14,86	14,69	-0,17
4	0,237	13,75	15,17	+1,42
5	0,214	13,50	13,34	-0,16
6	0,212	14,25	13,18	-1,07
7	0,180	11,25	10,64	-0,61
8	0,161	9,52	9,13	-0,39
9	0,187	13,25	11,19	-2,06
10	0,125	6,26	6,18	-0,08
11	0,112	5,28	5,23	-0,05
12	0,102	3,51	4,43	+0,92
13	0,325	23,04	22,18	-0,86
14	0,325	22,25	22,18	-0,07
15	0,351	24,33	24,25	-0,08
16	0,252	16,25	16,37	+0,12
17	0,226	15,74	14,30	-1,44
18	0,223	15,03	14,06	-0,97
19	0,225	13,73	14,24	+0,51
20	0,250	13,24	16,21	+2,97
21	0,237	12,07	15,17	+3,10
22	0,224	14,26	14,14	-0,12
23	0,195	13,75	11,83	-1,92
24	0,172	9,75	10,00	+0,25
25	0,105	5,02	4,67	-0,35

minta negatív irányú eltérése alig haladja meg a 2%-ot így ezzel nem kívánunk részletesen foglalkozni. A 20., 21. minta erős pozitív irányú eltérése a minták magas hamutartalmával is magyarázható. Mindkét minta spektrumában a 475, 540, 920, 1015, 1040 és 1140 cm^{-1} hullámszámnál levő kötések magas agyagtartalomra engednek következtetni.



6. ábra

Az oroszlányi szénmedence 22. és a kisgyóni széntelep 25. szénmintáján végrehajtott vizsgálatok alapján megállapítható, hogy a FISCHER-féle meghatározás útján nyerhető és az adott széntelepre meghatározott egyenes egyenlete alapján számított kátránytartalom a szakirodalomban megengedett, $\pm 3\%$ eltérést összesen 2 minta esetében haladta meg. A teljesen eltérő kátránytartalom ellenére az eltérés a minták nagy részénél $\pm 1\%$ alatt maradt.

A vizsgálati eredményeket összefoglalva megállapítható, hogy a hazai barnaszének infravörös spektrumának értékelése alkalmas, gyors módszer a bitumentartalom és a hevítés útján nyerhető kátránytartalom meghatározására. Természetesen, pontosság szempontjából nem versenyezhet a szénanalitikában alkalmazott módszerekkel. A meghatározások hibahátára megfelel az ipari méretekben történő alkalmazásra. A módszer jelentőségét növeli, hogy a spektrum alapján a szének anyagát felépítő funkciós csoportok, cellulóz-, és ásványi anyag tartalma szempontjából kvantitatív megállapításokat tehetünk. Ezzel a problémakörrel kapcsolatos méréseink folyamatban vannak, eredményeinkről a következőkben kívánunk beszámolni.

IRODALOM

- [1] ERDMANN, E.: Angew. Chem. 34. 309. 1921.
- [2] LISSNER, A. u. GÖBEL, W.: Freiburger Forschungsh. A 80. 101, 1958.
- [3] GÖRLICH, P., MOENKE, H. u. L. MOENKE-BLANKENBURG: Jenaer Jahrbuch Teil I, 154. 1959.
- [4] MOENKE, H. u. L. MOENKE-BLANKENBURG: Jenaer Jahrbuch Teil II. 396. 1960.
- [5] VALATIN, T.: Magy. Kém. Lapja IV. 510. 1949.

- [6] PRESTING, W., STEINBACH, K. u. KEIL, G.: Bergakademie 5. 231. 1953.
 [7] PRESTING, W., STEINBACH, K.: Chem. Techn. 6. 266. 1954.
 [8] JACOB, H.: Freib. Forsch.—H. A 90. 55. 1958.
 [9] JACOB, H.: Berg. u. Hüttenm. Monatshefte 105. 21. 1960.
 [10] RAMMLER, E.: Freib. Forsch.—H. A 147. 22. 1960.
 [11] SÜSS, M.: Freib. Forsch.—H. C 50. 63. 1959.
 [12] IYENGER, M. J., SIBAL, D. N., LAHIRI, A.: Fuel London 36. 77. 1957.
 [13] SÍPOSNÉ KEDVES É., SÍPOS, S.: Szegedi Tanárképző Főisk. Tud. Közl. 207, 1969.
 [14] KÖSSLER, I.: Methoden der Infrarotspektroskopie, Leipzig 104. 1961.

ИНФРАКРАСНО-СПЕКТРОСКОПИЧЕСКОЕ ИССЛЕДОВАНИЕ ОТЕЧЕСТВЕННЫХ ОБРАЗЦОВ УГЛЯ, II.

Ш. Шипош и Шипошне Ева Кедвеш

Авторы пишут о своих определениях аналитики угля, полученных с образцов угля разной эпохи и разной степени обугливания, а также об исследованиях, проведённых над образцами угля в связи с инфракрасно-спектроскопическими снимками.

Содержание битума образцов они экстрагировали бензольно-алкогольной смесью. Они определили возможное количество содержания дёгтя в алюминиевой реторте типа Фишер, полученное способом испарения до 550 ° Цельсия. Их целью было исследовать взаимосвязи между количеством битума определяемого путём аналитики, содержанием дёгтя, получаемого вышеописанным образом, инфракрасными спектрами углей. Они провели измерения помимо единичных образцов, полученных с разных местонахождений, ещё над образцовыми рядами по вертикальному направлению со стены угля в одном т. е. двух шахтах двух местонахождений. На таблицах № 2,3 они изобразили определённые ценности поглощения инфракрасных спектров образцов угля при волновом числе 2925 см⁻¹, содержание битума, получаемого бензольно-алкогольной экстракцией, содержание битума, вычисленное на основе полученного уравнения прямой и разницу между этими двумя данными. Таблицы № 4 и 5 помимо данных поглощения содержит содержание дёгтя вычисляемого на основе уравнения, получаемого путём швелования, и разницу между растворами.

Они определили линейную связь между содержанием битума рассматриваемых отечественных лигнитов и поглощением появляющимся при волновом числе 2920—30 см⁻¹, как это видно на рисунках № 3, 4. Исследования, проведённые в двух разных шахтах месторождения с. Кишдьон, доказывают, что прямая характерна не только на одну шахту а на всё месторождение угля и связана с качеством исходного материала изменившийся в ходе обугливания и с обстоятельствами обугливания. На рисунках № 5, 6 изобразили содержание дёгтя, получаемого по определениям Фишера, в кривой поглощения. Содержание дёгтя, вычисленное на основе уравнения прямой, определённой на месторождение угля всего в 2 случаях превышало допущенное в специальной литературе ± 3% расхождение.

Следовательно, оценка инфракрасных спектров лигнитов подходящий, быстрый метод для определения содержания битума и содержания дёгтя, полученного путём нагревания, конечно, с аспекта точности не может сравниваться с методами, употреблёнными в аналитике угля.

INFRAROT-SPEKTROSKOPISCHE UNTERSUCHUNG UNGARISCHER KOHLENPROBEN, II.

S. Sipos und Frau E. Sipos

Die Verfasser berichten über kohlenanalytische Bestimmungen an verschiedenen alten Kohlenproben aus verschiedenen Fundorten und verschiedenen Verkohlungsgrades sowie über Untersuchungen in Verbindung mit ebenfalls von Kohlenproben hergestellten Infrarot-spektroskopischen Aufnahmen.

Der Bitumengehalt der Proben wurde mit einem Benzol-Alkoholgemisch extrahiert und der durch Abdampfen in der Fischerschen Aluminiumretorte bei Temperaturen bis zu 550°C erhaltliche Teergehalt quantitativ bestimmt. Ziel der Arbeit war die Untersuchung der Zusammenhänge zwischen der analytisch bestimmbarer Bitumenmenge, dem auf die obige Weise gewinnbaren Teergehalt und dem Infrarot-Spektrum der Kohle. Ausser an den von verschiedenen Fundorten stammenden Einzelproben wurden Messungen auch an in senkrechter Richtung von der Kohlenwand eines bzw.

zweier Schächte von zwei Kohlenrevieren entnommenen Probenserien durchgeführt. An Tabelle 2 und 3 sind die Extinktionswerte des Infrarot-Spektrums der Kohlenproben — bei einer Wellenlänge von 2925 cm^{-1} bestimmt —, der mittels Benzol-Alkoholextraktion erhaltliche Bitumengehalt, sowie der aufgrund der Gleichung der erhaltenen Geraden berechnete Bitumengehalt und die Differenz zwischen den beiden Werten dargestellt. Die Tabellen 4 und 5 veranschaulichen neben den Extinktionsdaten den mittels Schwelens erhaltlichen und aufgrund der Gleichung berechenbaren Teergehalt sowie die Differenz zwischen den Lösungen

Zwischen dem Bitumengehalt der untersuchten ungarischen Braunkohlenproben und der Extinktion bei der Wellenzahl $2920\text{—}30\text{ cm}^{-1}$ ist — wie an Abbildung 3 und 4 ersichtlich — ein linearer Zusammenhang festzustellen. Die in zwei gesonderten Schächten der Kohlengrube bei Kiskyón durchgeführten Untersuchungen beweisen, dass die Gerade nicht nur für einen Schacht, sondern für die Kohlengrube charakteristisch ist und in Beziehung zu der Qualität des im Laufe der Verkohlung umgewandelten Ausgangsmaterials und den Umständen der Verkohlung steht. An den Abbildungen 5 und 6 ist der mit der Methode von Fischer bestimmbare Teergehalt in Abhängigkeit von der Extinktion dargestellt. Der anhand der Gleichung der für die Kohlengrube bestimmten Geraden berechnete Teergehalt überschreitet nur in zwei Fällen die in der Fachliteratur erlaubte Abweichung von ± 3 Prozent.

Die Bewertung des Infrarot-Spektrums der Braunkohlen ist also eine geeignete, schnelle Methode zur Ermittlung des Bitumengehaltes und des durch Erhitzen gewinnbaren Teergehaltes, kann aber natürlich — was die Genauigkeit anbelangt — den in der Kohlenanalyse gebräuchlichen Methoden nicht gleichgesetzt werden.