

# **Badische Landesbibliothek Karlsruhe**

**Digitale Sammlung der Badischen Landesbibliothek Karlsruhe**

## **Beiträge zur Kenntnis der optischen Aktivität und der Entstehung der Naphtene des Erdöls**

**Halmai, Béla**

**1909**

3. Entfernung der ungesättigten Kohlenwasserstoffe und Bestimmung derselben

[urn:nbn:de:bsz:31-278815](https://nbn-resolving.org/urn:nbn:de:bsz:31-278815)

Dieser Rest wurde wieder fünf Stunden lang bis  $463^{\circ}$  (138 Atm.) erhitzt und dann der nach dem Abkühlen zurückgebliebene Druck von 30 Atm. abgelassen. Es entstanden 985 ccm Zersetzungsöl. Bis  $180^{\circ}$  destillierten 430 ccm (IIa) (spez. Gewicht 0,765).

Die Reste von Ia und IIa, zusammen 1010 cm, wurden vier Stunden lang bis auf  $470^{\circ}$  (128 Atm.) erhitzt. Nach Abkühlen blieb ein Druck von 30 Atm.

Es sind dabei nur 250 ccm Zersetzungsöle gewonnen worden, da eine sehr große Kohlenausscheidung stattfand. Davon destillierten bis  $180^{\circ}$  150 ccm (III) (spez. Gewicht 0,810) und als Rest blieb eine ganz feste Masse zurück.

Zusammenfassung der zwei quantitativen Versuche. Dabei wurden die Volumina durch Multiplikation mit den betreffenden spezifischen Gewichten in Gewichtsmengen umgerechnet. Es wurden erhalten aus im ganzen 3750 ccm (spez. Gewicht 0,929) = 3483 g Zylinderöl:

Destillat	I	545 ccm	406,1 g
»	II	540 »	407,7 »
»	Ia	460 »	349,6 »
»	IIa	430 »	329,1 »
Zusammen		1975 ccm	1492,5 g

entsprechend 52,67 Vol. % oder 42,86 Gew. % leichte Öle.

### 3. Entfernung der ungesättigten Kohlenwasserstoffe und Bestimmung derselben.

Nach der oben beschriebenen Art wurden 14 Liter Zylinderöl zu je zwei Litern erhitzt, das Zersetzungsöl bis  $180^{\circ}$  abdestilliert und die Reste (über  $180^{\circ}$ ) zu je zwei Litern wiederholt erhitzt, bis ein Rohprodukt von fünf Liter Zersetzungsöl erhalten wurde. Dieses siedete von  $25-250^{\circ}$ , da bei der Destillation bis  $180^{\circ}$  auch höher siedende Teile mitgerissen worden waren.

Zur Entfernung der ungesättigten Anteile wurde das Rohprodukt in Portionen von 500 ccm zuerst mit verdünnter,

dann mit konzentrierter Schwefelsäure wiederholt mehrere Stunden lang auf der Schüttelmaschine geschüttelt, bis die Säure auf Zusatz von neuen Mengen derselben sich nicht mehr braun färbte. Nachher wurde das im Scheidetrichter getrennte Öl drei- bis viermal mit Natronlauge oder Soda-  
lösung und schließlich einigemal mit Wasser gewaschen, zuletzt über Chlorcalcium getrocknet.

Auf diese Weise wurden drei Liter gesättigte Kohlenwasserstoffe erhalten.

Der Prozentgehalt an ungesättigten Kohlenwasserstoffen wurde mit den Rohprodukten, die bei den beiden quantitativen Versuchen resultierten, durch Behandlung mit Schwefelsäure festgestellt.

Angewandte Menge 10 ccm des bis 180° überdestillierten Zersetzungsöles, welches in Büretten mit eingeschliffenen Glasstopfen jedesmal fünf Minuten lang mit der Säure geschüttelt wurde.

	I	II	Ia	IIa	III
20 ccm H <sub>2</sub> SO <sub>4</sub> absorbierte ccm	0,9	1,1	1,0	1,0	1,4
10 ccm Säure abgelassen					
+10 ccm frische Säure	0,2	0,2	0,3	0,4	0,6
10 ccm Säure abgelassen					
+10 ccm rauch. Säure	0,7	0,85	0,8	0,8	1,0
Summa	1,80	2,15	2,10	2,20	3,00

Ungesättigte Kohlenwasserstoffe

in Prozenten ausgedrückt 18,0 21,5 21,0 22,0 28,0

Hierdurch ist nachgewiesen, daß die Zersetzungsöle etwa zu einem Viertel aus ungesättigten Kohlenwasserstoffen bestehen.

#### 4. Entfernung der Benzolkohlenwasserstoffe.

Es wurde eine fraktionierte Destillation der oben erhaltenen gesättigten Kohlenwasserstoffe mit Hilfe eines Le Bel Henninger-Dephlegmators ausgeführt.