

# **Badische Landesbibliothek Karlsruhe**

**Digitale Sammlung der Badischen Landesbibliothek Karlsruhe**

## **Beiträge zur Identifizierung und Kenntnis der Kohlenwasserstoffe des Erdöls**

**Tausz, Jenő**

**Borna-Leipzig, 1911**

3. Destillation des Welser Bitumens mit überhitztem Wasserdampf

[urn:nbn:de:bsz:31-276249](https://nbn-resolving.org/urn:nbn:de:bsz:31-276249)

wirkten eine größere Drehung als Fraktion 9. Die beobachteten Daten sind in der folgenden Tabelle niedergelegt.

Fraktionierte Destillation der Fraktion 10.

Nr.	Fraktion		Optisches Drehungsvermögen in Saccharimetergraden		
	Siedegrenzen	Farbe	Rohrlänge in cm	Beobachtete Drehung	Drehung im 20 cm-Rohr berechnet
I.	205—220°	gelbrot	2,5	+ 4,4°	35,2°
II.	220—230°	"	2,5	+ 4,6°	36,8°
III.	230—235°	rot	1	+ 2,0°	40,0°
IV.	235—245°	"	1	+ 1,4°	28,0°
V.	245—250°	"	1	+ 1,0°	20,0°

Die letzte Spalte enthält das Drehungsvermögen der Fraktionen auf das 20 cm-Rohr bezogen. Auch hier ist die Zuverlässigkeit gering, weil die Zahlen durch Multiplikation mit 8 bzw. 20 aus den abgelesenen Werten erhalten sind, so daß die Versuchsfehler außerordentlich ins Gewicht fallen. Immerhin zeigen diese Versuche, daß man bei vorsichtiger Fraktionierung aus dem Welser Bitumen optisch sehr stark aktive Öle erhalten kann.

### 3. Destillation des Welser Bitumens mit überhitztem Wasserdampf.

Für die Destillation mit überhitztem Wasserdampf ist Bitumen verwendet worden, in welchem der Wassergehalt quantitativ nach der Xylolmethode bestimmt worden war. Es war daher bereits auf 250° erhitzt worden, wobei allerdings nur 6% desselben als Öl und Wasser überdestillierten, wie folgende Zahlen zeigen:

1250 g Bitumen wurden in 1200 g Xylol gelöst und aus der Lösung Wasser und Xylol abdestilliert. Die Fraktion zwischen 94—160° C bestand aus Xylol und 25 g Wasser. Der Wassergehalt ist also 2% vom Bitumen. Die Fraktion 160—200° bestand aus Xylol und 35 g eines Öles, was 2,4% des Bitumens ausmacht. Zwischen 200—250° ging nur 20 g Öl über, d. i. 1,6% des Bitumens.

Somit sind im ganzen 6% des Bitumens überdestilliert, so daß nur 94% des ursprünglichen Bitumens der Wasserdampfdestillation unterworfen wurden.

Tausz.

4

Der Apparat in dem die Wasserdampfdestillation vorgenommen wurde, ist von Engler<sup>1)</sup> beschrieben.

Da sich das Welser Bitumen schon von 315° an stark zersetzt, wurde es zunächst auf 200—250° erhitzt und mit Wasserdampf von 300° destilliert, und zwar so lange, bis an den drei Separatoren, die mit I, II und III bezeichnet werden mögen, dickere Öle sich ausschieden. Dann wurden die Vorlagen, die mit Ia, IIa, IIIa bezeichnet werden sollen, mit neuen Vorlagen Ib, IIb, IIIb vertauscht und die Temperatur der Destillationsblase allmählich auf 300° erhöht. Die Vorlage am Kühler wurde nicht gewechselt; sie soll mit IV. bezeichnet werden.

Der Vorlauf, der sich in den ersten 15—20 Minuten an den Separatoren abschied und aus leichten Ölen mit etwas Wasser bestand, wurde mit dem Destillat von IV vereinigt.

Die 7 Destillate Ia, IIa, IIIa, Ib, IIb, IIIb und IV unterscheiden sich durch ihre Konsistenz. Die Öle, die aus den Separatoren, auslaufen sind fast völlig geruchlos. Die Menge des kondensierten Wasser beträgt etwa 150—200% des Gewichtes des Öles. Es wurde stets bis auf Koks destilliert, was ungefähr 3 Stunden dauerte.

Um größere Mengen der einzelnen Destillate zu erhalten, wurden alle entsprechenden Destillate mehrerer Destillationen vereinigt.

In der folgenden Tabelle sind die Ergebnisse zweier Destillationen (A und B) von je 1000 g Bitumen angegeben. Die römischen Ziffern beziehen sich auf die 3 Separatoren und die erwähnte Vorlage am Kühler; a und b haben die oben angegebene Bedeutung.

<sup>1)</sup> In: das Deutsche Erdöl S. 47.

Destillation A.

Destillation B.

Vorlage Nr.	Destillat in g		a u. b zusammen		Destillat in g		a u. b zusammen	
	a bis 250°	b bis 300°	in g	in % vom Bitumen	a bis 250°	b bis 300°	in g	in % vom Bitumen
I.	117	141	258	25,8	95	176	271	27,1
II.	99	78	177	17,7	84	153	227	22,7
III.	96	63	159	15,9	46	92	138	13,8
IV.			167	16,7			114	11,4

Ausbeute an Öl: 761 g = 76,1%

750 g = 75%

Mittel: 75,5%

Die Untersuchung der Öle erstreckte sich auf die Bestimmung der Viskosität, des spezifischen Gewichtes und des Entflammungspunktes. Die Viskosität wurde in einem Englerschen Viskosimeter bestimmt. Dabei betrug die Auslaufgeschwindigkeit von Wasser bei 20° C 50,2 Sekunden. Das spezifische Gewicht wurde im Pyknometer, der Entflammungspunkt nach Brenken bestimmt.

Die Resultate sind in folgender Tabelle enthalten:

Ver- einigte Destillate Nr.	Ausbeute in %			Spez. Gewicht	Ent- flammungs- punkt (Brenken)	Viskosität	
	von dem bei 250° ge- trockneten Bitumen	vom ges. Rohöl	vom Roh- bitumen			Auslaufs- dauer in Sekunden bei 50°	Spez. Viskos. bei 50° C bei 20° H <sub>2</sub> O = 1
Ia	12,7	16,7	12,0	0,9499	182°	360	7,7
IIa	9,7	12,6	8,5	0,9476	180°	354	7,1
IIIa	6,5	8,5	6,0	0,9419	136°	268	5,3
Ib	12,7	16,7	12,0	0,9677	181°	2505	49,9
IIb	12,6	16,1	12,0	0,9602	178°	2229	44,4
IIIb	7,2	10,2	6,5	0,9542	140°	607	12,1
IV	14,4	19,0	13,0	0,9234	93°	126	2,5
I-IV	75,8	100	70,0				

Im allgemeinen sind die Entflammungspunkte niedrig; dies kommt daher, daß die bei der Wasserdampfdestillation entstandenen leichtflüchtigen Zersetzungsprodukte von dickem Öle absorbiert werden. Daß nur diese in verhältnismäßig geringen Mengen vorhandenen Stoffe den niedrigen Flammpunkt bedingen, zeigte sich beim Erhitzen auf 300° C in einer Retorte. Es destillierten nur ganz geringe Mengen leichter Öle über. Der Rückstand besaß einen Entflammungspunkt nicht unter 220° C.

Um an Stelle des teureren Xylols billigeren Ersatz in der fabrikmäßigen Darstellung zu erlangen, wurde eine Methode ausgearbeitet, nach welcher das Bitumen in Kombination mit einem pennsylvanischen Rohöle verarbeitet wurde. Die Normaldestillation des pennsylvanischen Öls gab eine Ausbeute an Benzin und Kerosin von 66,6 %.

Normaldestillation nach Engler.

Fraktion	Vol. % = ccm
75—100°	12,5
100—125°	6,2
125—150°	9,9
150—175°	8,2
175—200°	6,5
200—225°	5,6
225—250°	7,1
250—275°	3,9
275—300°	6,8
	<hr/> 66,6 %

Nach der in Rede stehenden Methode wird das pennsylvanische Rohöl bis 300° C destilliert. Das erhaltene Destillat wird mit dem gleichen Volumen Bitumen gemischt. Diese Lösung hat ein kleineres spezifisches Gewicht sowie eine geringere Viskosität als das Bitumen. Infolgedessen setzt sich das Wasser leicht ab. Nach einiger Zeit wird das Wasser abgelassen. Das Gemisch wird bis 250° C einer gewöhnlichen Destillation unterworfen und sofort mit überhitztem Wasserdampf von 300° C weiterdestilliert.

Die bis 250° C übergehenden Öle werden auf Benzin und Leuchtöl verarbeitet, während die Rückstände des pennsylvanischen Öles durch Ausfrierenlassen von Paraffin befreit und zur Bereitung von Maschinenöl verwendet werden.

An Stelle des pennsylvanischen ließe sich auch galizisches Öl, dessen Normaldestillationsergebnisse nicht allzusehr von jenem differieren, verwenden.

#### 4. Druckdestillation des Welser Bitumen.

Vor der Druckdestillation wurden 25 kg Bitumen wie folgt vom Wasser befreit. Je 0,5 kg Bitumen wurden im doppelten