

Badische Landesbibliothek Karlsruhe

Digitale Sammlung der Badischen Landesbibliothek Karlsruhe

Beiträge zur Identifizierung und Kenntnis der Kohlenwasserstoffe des Erdöls

Tausz, Jenő

Borna-Leipzig, 1911

2. Destillation des Welser Birumens im Vakuum

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

2. Destillation des Welser Bitumens im Vakuum.

Die Vakuumdestillationen konnten nur mit großen Schwierigkeiten ausgeführt werden, da die Zersetzungsprodukte des Bitumens ein ständiges Übersteigen verursachten.

410 g wasserfreies Bitumen wurden im Vakuum aus einem Kolben von etwa $2\frac{1}{2}$ l destilliert. Bis etwa 275° trat keine bedeutende Zersetzung des Bitumens ein. Die Zersetzung wurde dann bis 370° stets stärker, und bei dieser Temperatur war die weitere Destillation wegen zu heftiger Zersetzung unmöglich. Die Resultate der Destillation von 410 g Bitumen und der Untersuchung der Fraktionen ist in der folgenden Tabelle zusammengestellt. Dort sind auch die Mengenverhältnisse der einzelnen Fraktionen zu finden.

Vakuumdestillation.

Nr.	Temperaturgrenzen	Druck in mm Hg	Ausbeute		Spez. Gew. bei 20°	Farbe	Konsistenz bei -4°	Optisches Drehungsvermögen in Saccharimetergraden		
			in g	in %				Rohrlänge in cm	Beob. Drehung	Drehung im 20 cm-Rohr berechnet
1.	-150°	14	4	1,0	0,8230	hellgelb	leicht flüssig	5	+ 0,2°	0,8°
2.	$150-200^{\circ}$	13	14	3,4	0,8465	"	"	10	+ 1,2°	2,4°
3.	$200-230^{\circ}$	12	23	5,6	0,8573	"	flüssig	10	+ 2,1°	4,2°
4.	$230-250^{\circ}$	12	52	12,7	0,9336	gelb	tropfb. flüssig	5	+ 2,4°	9,6°
5.	$250-270^{\circ}$	14	23	5,6	0,9578	"	dünnsalbig	2,5	+ 2,4°	19,2°
6.	$270-275^{\circ}$	14	19	4,6	0,9641	gelbbrot	dicksalbig	2,5	+ 2,6°	20,8°
7.	$275-280^{\circ}$	16	17	4,1	0,9678	"	"	2,5	+ 3,4°	27,2°
8.	$280-300^{\circ}$	23	11	2,7	0,9713	rot	"	2,5	+ 3,2°	25,6°
9.	$300-315^{\circ}$	28	7	1,7	0,9732	"	"	2,5	+ 3,9°	31,2°
10.	$315-330^{\circ}$	37	44	10,7	0,9849	dunkelrot	fest			
11.	$330-360^{\circ}$	42	47	11,4	0,9322	"				
12.	$360-370^{\circ}$	50	54	13,1	0,9340	"				
13.	370°	760	24	5,85						
Gesamtausbeute			339	82,45						
Koks und Verluste			71	17,55						
			410	100						

Es fällt auf, daß die Zersetzung ein erstes Maximum von 12,7% vom Gesamtbitumen bei 230—250° erreicht, dann zurückgeht auf 4,4% bei 280—315°, um bei 315—330° wieder auf über 10% zu steigen. Die Gesamtausbeute an Ölen betrug 389 g oder 82,45% des angewandten Bitumens. Der Rest von 71 g oder 17,55% ist Koks und Verlust.

Die spezifischen Gewichte der Fraktionen wurden mit dem Pyknometer bestimmt. Sie steigen ziemlich regelmäßig bis zu der Fraktion 315—330, wo infolge der starken Zersetzung wieder leichtere Öle entstanden.

Die Intensität der Farbe der Destillate wird stets größer; ebenso die Konsistenz der Öle, die bei —4° geprüft wurde, nach dem die Öle auf dieser Temperatur 12 Stunden lang gehalten worden waren.

Die Destillate wurden hauptsächlich auf ihr optisches Drehungsvermögen hin untersucht. Die Drehung wurde im Apparat von Soleil-Ventzke bestimmt, und zwar je nach der Menge und Durchsichtigkeit des Destillats in verschieden langen Röhren. Die Länge der Röhren sowie die beobachtete Drehung sind in der Tabelle enthalten. Das Drehungsvermögen nimmt in den ersten 9 Destillaten regelmäßig zu, nur bei der Fraktion 8 ist ein Rückgang bemerkbar. Die höheren Fraktionen waren für diese Untersuchungen zu wenig durchsichtig. Von ihnen wurde nur die Fraktion 10 (315—330°) weiter untersucht. Die letzte Spalte der Tabelle enthält die berechneten Werte für das 20 cm Rohr. Die Zahlen bedeuten Saccharimetergrade. Sie können natürlich keinen Anspruch auf große Genauigkeit machen, da die Beobachtungsfehler in ihnen vervielfacht stecken.

Die Fraktion 10 wurde noch einmal destilliert, und zwar ebenfalls fraktioniert. Da aber auch bei einem Druck von nur 12 mm Quecksilber die Destillation ohne erhebliche Zersetzung nicht möglich war, wurde die Wasserstrahlluftpumpe durch eine Gädesche Quecksilberluftpumpe ersetzt und mit ihr ein Vakuum von einem Bruchteil eines Millimeters erzeugt. Bei der Destillation wurden 5 Fraktionen gesammelt und auf ihr optisches Drehungsvermögen hin untersucht. Nur die drei ersten Fraktionen be-

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