

Studien zur Chemie der Paraffine und Paraffinmassen. II

## **Bestimmung von Paraffinen, Olefinen und Naphthenen in Folgeprodukten der Braunkohlenteerdestillation**

Von E. LEIBNITZ, W. HAGER, P. BERTHOLD, G. HILDEBRAND

Mit 3 Abbildungen

### **Inhaltsübersicht**

Die säulenchromatographische Trennung für Paraffinmassen der I. Mitteilung wurde auf weitere Produkte der Destillation des Braunkohlenteers ausgedehnt, wobei wieder die Verarbeitungsvorgänge durch diese Methode bevorzugt untersucht wurden.

---

Mit den in der I. Mitteilung näher beschriebenen säulenchromatographischen Trennverfahren wurden mehrere, zwangsläufig bei der Destillation von Braunkohlenteeren auf Paraffinmassen mit anfallende Produkte nach Bestandteilen, beziehungsweise solcher Gruppen untersucht.

Um zu den Ergebnissen nachfolgend noch einige Bemerkungen zu machen, wird das Ergebnis der Analyse in Tabellenform vorangestellt.

### **1. Rohrofendestillate des Rohteers**

Bei der Rohrofendestillation des Rohteers fallen neben der Paraffinmasse PM I/R noch das Rohöl T und der Rückstand P 15/4 an.

#### **1.1 Rohöl T**

Das Rohöl ist eine tiefbraune mit Paraffinkristallen durchsetzte Flüssigkeit. Nach der Hydrierung wird das Öl als DK-Komponente verwendet.

Das PE enthält gesättigte und ungesättigte aliphatische Kohlenwasserstoffe und die Naphthene, die nicht besonders abgetrennt wurden.

#### **1.2 Rückstand P 15/4**

Der Rückstand ist eine bei Zimmertemperatur feste schwarzbraune Masse. Das C/H-Verhältnis und das PE zeigen, daß der Anteil der

Tabelle I

	Rohöl T	Rückstand P 15/4	Paraffin- masse PMI/K	Rote Produkte I	Rohöl M	Rückstand P 54	Paraffin- masse PMII/K	Rote Produkte II
Chrom. Gruppen- trennung (in %)								
Petrolätherluat (PE)	62,8	28,4	53,1	42,5	55,1	49,6	65,7	35,8
Benzolätherluat (BE)	16,8	37,2	23,6	43,8	16,1	39,7	18,9	47,0
Methanolätherluat (ME)	19,0	32,5	23,1	12,6	28,0	10,0	15,0	16,5
Substanzverlust	1,4	1,9	0,2	1,1	0,8	0,7	0,4	0,7
Elementaranalyse								
C	83,53	84,49	86,31	86,79	84,55	86,77	85,53	87,09
H	11,07	11,09	12,49	10,30	11,80	11,32	12,61	9,58
C:H	1:1,59	1:1,58	1:1,74	1:1,43	1:1,67	1:1,56	1:1,77	1:1,32
S	1,39	0,62	0,53	0,58	1,11	0,69	0,58	1,00
N	0,29	0,27	0,33	0,29	0,34	0,38	0,24	0,27
O (zu 100%)	3,72	3,53	0,44	2,04	2,20	0,84	1,04	2,06
Fluoreszenz im UV-Licht	fahlblau	tiefblau	blau	blauviolett	fahlblau	blau	blau	blauviolett

(Für die Ausführung der Elementaranalyse sei an dieser Stelle Herrn Dr. JUNGE und Herrn EBERT gedankt)

Aliphaten gegenüber den übrigen Teerdestillationsprodukten zugunsten der Aromaten und polaren Verbindungen stark zurückgegangen ist.

Ein Teil des Rückstandes wird zur Paraffingewinnung in Blasen auf Koks destilliert. Dabei fallen die Paraffinmasse PM I/K und die sogenannten Roten Produkte I als letzter Destillationsschnitt an.

## 2. Vakuumdestillate des Rückstandes P 15/4

### 2.1 Paraffinmasse PM I/K

Um einen Einblick in die Vorgänge bei der Verkokung zu gewinnen, wurden über die gesamte Verkokungszeit acht Proben genommen und chromatographisch zerlegt (Abb. 1).

Der Gehalt an PE steigt von Fraktion 1–4 an, während gleichzeitig der des ME abfällt. Vermutlich werden während dieser Zeit durch

komplexe Crackreaktionen Paraffine gebildet. In den folgenden Fraktionen steigt der Gehalt an BE stark an, während das PE abfällt und das ME annähernd konstant bleibt. Die BE sind in den letzten Fraktionen gut kristallisiert und bestehen vorwiegend aus Aromaten.

Wird die Kokungsdestillation bis in die Roten Produkte fortgesetzt, gehen höhere Aromaten über, die dem Paraffin eine grünliche Farbe verleihen.

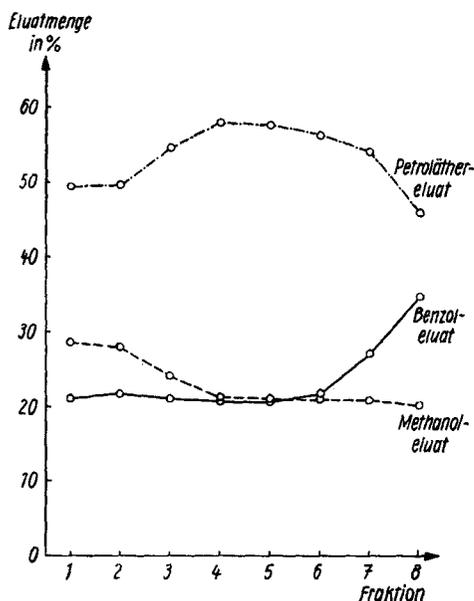


Abb. 1. Destillationsverlauf der Kokungsdestillation des Rückstandes P 15/4

Aromaten, was sowohl das C/H-Verhältnis als auch die Mengenverhältnisse der Eluate zeigen.

### 2.2 Rote Produkte I

Die Roten Produkte, eine in UV-Licht stark blauviolett fluoreszierende feste Masse, bestehen zu über 40% aus

## 3. Blasendestillate der Paraffinmasse PM I

Die während der Rohrofendestillation übergehende Primärparaffinmasse ist noch nicht filtrierbar. Deshalb wird dieses Produkt nochmals

redestilliert. Dabei fallen an:

Vorlauf: Rohöl M  
 Hauptlauf: Paraffinmasse PM II/B  
 Rückstand: P 54  
 (Zusammensetzung s. Tab. 1).

Während einer Blasendestillation wurden in gleichmäßigen Abständen Proben genommen und chromatographisch in Gruppen zerlegt. Die Ergebnisse sind in Abb. 2 und 3 aufgetragen.

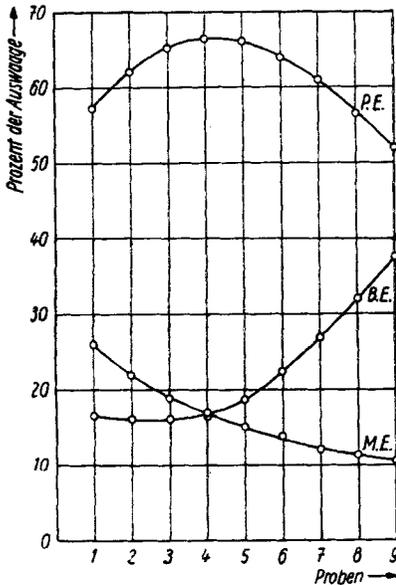


Abb. 2. Destillationsverlauf der Blasendestillation der Paraffinmasse PM I

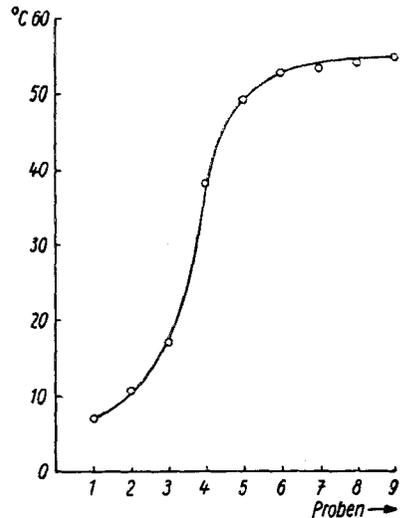


Abb. 3. Erstarrungspunkte der Petroläthereluatete des Destillationsverlaufs PM I/R-PM II/B

Die Grenze zwischen Vorlauf und Hauptfraktion wird in der Produktion empirisch festgelegt. Die Paraffinmasse beginnt, wenn auf einer Glasplatte aus einer an der Luft abgekühlten Probe Paraffin schuppenförmig auskristallisiert.

Während der Destillation steigt das BE erheblich an, vorzugsweise auf Kosten des PE.

### 3.1 Rohöl M

Das Rohöl M wird wie das Rohöl T hydriert und dient als DK-Komponente.

### 3.2 Rückstand P 54

Der Rückstand P 54 schließt sich in seiner Gruppenzusammensetzung an die letzte Probe des Hauptlaufs an. Der gesamte Anfall wird in Kokungsblasen auf Koks destilliert, wobei neben Koks die Paraffinmasse PM II/K und die Roten Produkte II als Destillate übergehen.

Die Paraffinmasse PM II/K hat eine ähnliche Zusammensetzung wie die PM II/B. Die Roten Produkte II enthalten einen höheren aromatischen Anteil als die Roten Produkte I, wie aus der Gruppenanalyse und dem C/H-Verhältnis zu ersehen ist.

*Leipzig, Institut für organische Grundstoffchemie.*

Bei der Redaktion eingegangen am 31. Mai 1958.

---

Verantwortlich

für die Schriftleitung: Prof. Dr.-Ing. E. Leibnitz, Leipzig O 5, Permoserstraße 15;  
für den Anzeigenteil: Rudolph Friedrich (VEB Georg Thieme, Anzeigenabteilung),  
Leipzig C 1, Thomaskirchhof 20, Ruf 21005. Z. Z. gilt Anzeigenpreislise Nr. 1; Verlag: Johann  
Ambrosius Barth, Leipzig C 1, Salomonstraße 18B; Fernruf 27 681 und 27 682. ZLN 5065

Printed in Germany

Druck: Paul Dünnhaupt, Köthen (IV/5/1) L 220/58