

Isolierung und Identifizierung chemischer Individuen aus den hochsiedenden Rückständen der Hochdruckhydrierung von mitteldeutscher Braunkohle

Von Prof. Dr. FRANZ RUNGE und Dr. ARNO MECKELBURG

Aus dem Institut für „Technische Chemie“ der Martin-Luther-Universität Halle-Wittenberg und den Leuna-Werken „Walter Ulbricht“

Unser besonderes Augenmerk richteten wir auf die Isolierung von Aromaten, die im Hinblick auf eine spätere technische Aufarbeitung möglichst leicht zu gewinnen sein mußten. Wir hatten somit keineswegs die Absicht, die Zusammensetzung der Hydrierrückstände völlig aufzuklären, da uns die Aussichtslosigkeit eines solchen Versuches am Beispiel des über 100 Jahre währenden Kampfes um die Produkte, die im Steinkohlenteer vorhanden sind, klar hervorzugehen schien. Dort schätzt man die Zahl der vorhandenen Verbindungen auf 10000, von denen annähernd 240 bisher isoliert worden sind. Unsere Hoffnungen gingen vielmehr dahin, Substanzen zu finden, die bisher praktisch nur aus dem Steinkohlenteer gewonnen werden.

Die Hydrierrückstände auf Steinkohlenteerbasis betreffend, liegen nur einige Patente der ehemaligen IG-Farbenindustrie [1] vor, so daß es sehr nahe lag, bei den eigenen Untersuchungen an die Methoden anzuknüpfen, die sich bei der Aufarbeitung der Steinkohlenteerprodukte bewährt haben. Einen guten Überblick über das Arbeitsgebiet vermitteln die Zusammenfassungen von O. KRUBER [2].

Es war von vornherein zu berücksichtigen, daß die Parallelen zum Steinkohlenteer nur bedingte sind, da die Braunkohle erhebliche Unterschiede zur Steinkohle aufweist, besonders durch den hohen Gehalt an Huminsäuren und Paraffinen. Auch gegenüber einem normalen Braunkohlenteer ergeben sich Unterschiede, da die Hydrierung unter ganz anderen Bedingungen als die normale Schwelung verläuft.

Ausgangsmaterial

Das Ausgangsmaterial war eine bei Zimmertemperatur hochviskose, teerige Masse, die als Rückstand der Braunkohlenhydrierung in der Sumpfphase als sogenannte „Entschlammung“ anfällt. Der im wesentlichen aus Asche bestehende Feststoffgehalt wurde mit 29,2% festgestellt.

Wir waren uns klar darüber, daß an die Aufarbeitung des vorhandenen Materials nicht mit den Methoden des eleganten Analytikers herangegangen werden konnte, sondern der Anfang im Technikumsmaßstab gemacht werden mußte. Wenn wir auch aus Mangel an technischen Hilfsmitteln entschieden bescheidener sein mußten als K. F. LANG [3], der für eine exakte Teeranalyse 200 t Rohteer als notwendig ansieht, so begannen wir wenigstens mit 410 kg. Das erste Problem, das nach Aufnahme der experimentellen

Arbeiten auftrat, ist die Beseitigung des hohen Feststoffgehaltes des Ausgangsmaterials gewesen. Der nächstliegende Gedanke war, eine Trennung durch Absaugen mit beheizten Nutschen zu erzielen; dies erwies sich jedoch als sehr zeitraubend und hinsichtlich der Ausbeuten wenig befriedigend. Aus diesem Grunde wurde zur Destillation übergegangen.

410 kg feststoffhaltiges Ausgangsmaterial wurde in 8 Ansätzen in einer 70-lt-Blase bei 6–8 mm Hg getoppt. Tab. 1 gibt eine der Destillationen wieder.

Tab. 1. Eingesetzt 38 kg, Arbeitsdruck 6–8 mm Hg.

Fraktions-Nr.	Übergangtemp. auf Normalbedingung umgerechnet	Ausbeute kg
1	220 — 280°	1,375
2	280 — 348°	3,180
3	348 — 350°	0,200
4	350 — 360°	0,170
5	360 — 362°	0,185
6	362 — 364°	0,205
7	364 — 365°	0,740
8	365 — 368°	0,400
9	368 — 374°	0,560
10	374 — 380°	0,395
11	380 — 384°	1,000
12	384 — 386°	0,510
13	386 — 388°	0,720
14	388 — 392°	0,408
15	392 — 394°	0,854
16	394 — 397°	0,540
17	397 — 401°	1,300
18	401 — 405°	2,330
19	405 — 410°	0,478
20	410 — 411°	0,508
21	411 — 413°	0,085
		16,143

Die verhältnismäßig geringe Ausbeute ist durch den bereits erwähnten hohen Feststoffgehalt sowie durch die vorhandenen undestillierbaren Asphaltprodukte bedingt. Ab Fraktion 2 bis Fraktion 13 waren die Destillate mit Kristallen durchsetzt, während von Fraktion 14 bis Fraktion 21 die Kristallausscheidung dermaßen groß war, daß die letztgenannten zu einer halbfesten Masse erstarrten. Durchgeführte Siedeanalysen