

**BEITRAG  
ZUR UNTERSUCHUNG DES ÖLES AUS  
ESTLÄNDISCHEM ÖLSCHIEFER**

VON

**M. WITTLICH**

---

DORPAT 1924

C. Mattiesen, Dorpat.

Der estländische Ölschiefer — Kukkersit — liefert bei Tieftemperatur-Destillation einen flüssigen Teer, der, bei ansehnlichem Phenolgehalt, vorwiegend aus solchen Verbindungen besteht, die mit conc. Schwefelsäure in Reaktion treten und meist als ungesättigte Bestandteile angesprochen werden.

Der allgemeine Charakter des Rohöls ist natürlich bis zu gewissem Grade bestimmt durch die Art des Destillationsverfahrens, die auffallend geringe Beständigkeit eines Teils seiner Komponenten wird jedoch hierdurch nur wenig modifiziert, sie ist eine besondere Eigenheit dieses Produkts, und wenn der frisch gebrochene Ölschiefer unter atmosphärischen Einwirkungen nachweisbare Veränderungen erlebt, so gehen diese im Rohöl auch bei Ausschluss von Luft und Licht vor sich. Die Veränderlichkeit mag in erster Linie durch die Konstitution der Bestandteile bedingt sein und des weiteren vielleicht durch vorhandene katalytisch wirksame Substanzen.

Es ist klar, dass bei einer Verarbeitung eines so wenig stabilen Materials in die üblichen und gangbaren Gebrauchsöle die gewöhnlichen Reinigungsverfahren nicht in Anwendung kommen können. Jedes Umdestillieren vergrößert die Menge der pechartigen Nebenprodukte, und eine chemische Reinigung mit Schwefelsäure oder der in anderen Fällen vorzüglich geeigneten flüssigen schwefligen Säure ist ohne weiteres nicht anwendbar.

Wenn für manche Zwecke vor allem die Entfernung der Schwefelverbindungen notwendig ist, so dürfte hierfür vielleicht das „Silica-Gel“-Verfahren in Frage kommen, das bei vielen anderen Ölen ganz neuerdings mit überraschendem technischen und wirtschaftlichen Erfolg in Anwendung genommen worden ist.

Weil nun die Wahl der Reinigungsverfahren für Veredelung des Rohöls in engem Zusammenhang steht mit den Eigenschaften des Öles als Ganzes und seiner Bestandteile, so ist

deren eingehende Untersuchung eine notwendige Vorarbeit, die möglichst vielseitig durchgeführt werden sollte.

Die folgenden vorherrschend physikalischen Untersuchungen sind an einem Rohöl ausgeführt worden, das wohl hier zu Lande zum ersten Mal bei grösserem Dauerbetrieb aus dem Ölschiefer gewonnen wird und in seiner Natur von den bereits vielfach untersuchten Laboratoriumölen merklich abweicht.

Es sind die üblichen Arbeitsmethoden angewandt worden, wie sie für allgemeine Charakterisierung von Ölen gebräuchlich sind, freilich bei der klaren Einsicht, dass die Resultate nur informativen Wert haben können und nur wenig beitragen zum Verständnis der besonderen Eigenheiten dieses Produkts, deren Erforschung vielleicht eine ganz andere Arbeitsweise erfordern wird.

Das Rohöl stammte aus der staatlichen Versuchsanlage „Kochtla-Järwe“, die nun zwei Jahre im Betrieb steht und täglich 1000—1200 kg. Rohöl liefert. Die allgemeinen Eigenschaften des bei Tieftemperatur-Bedingungen nach Verfahren „Pintsch“ erhaltenen und gut abgestandenen Öles waren, im Mittel von mehreren Sendungen, folgende:

Spezifisches Gewicht . . . . .	0.999—1.008
Farbe schwarz-braun.	
Wassergehalt . . . . .	0.7—1.8%
Entflammungspunkt des getrockneten Öles (bestimmt im offenen Tiegel 4 × 4 cm.) . . . . .	112—132°
Entzündungstemperatur des getrockneten Öles . . . . .	155—185°
Viskosität nach „Engler“ bei 20° . . . . .	50—71
„ „ „ „ 50° . . . . .	5—7
Säurezahl im Mittelwert . . . . .	4
Durch conc. Schwefelsäure absorbierbar . . . . .	84—90%
Phenole, bestimmt nach üblichem technischen Verfahren	23—26%
Kohlenstoff 81.25% als Mittelwert und entsprechend	
Wasserstoff 10.25% „ „	
Stickstoff 0.25% „ „	
Sauerstoff 7.50% „ „	
Schwefel 0.75% „ „	

Die Schwankungen der Eigenschaften des Rohöls erklären sich aus der Notwendigkeit mehrfacher Änderungen der Destillationsbedingungen in der ersten Arbeitsperiode der Versuchsan-

lage. Mit der schliesslichen Wahl einer bestimmt definierten Destillationsmethode wurde dann auch die Beschaffenheit des Rohöles mehr oder weniger konstant und nur so weit, innerhalb enger Grenzen, variierend, als es etwa durch wechselnde Eigenschaften des Rohmaterials bedingt war.

Es war nun natürlich von Interesse zu untersuchen, welche Ergebnisse eine fraktionierte Destillation des nunmehr in seinen allgemeinen Eigenschaften genügend gleichmässig anfallenden Rohöles gibt, in wie weit die Resultate der Fraktionierung in quantitativer und qualitativer Hinsicht durch die Art und Weise der Ausführung der Destillation beeinflussbar sind und welches die Zahlen sind, die für eine erste allgemeine Charakterisierung der Produkte dienen.

Von gut abgestandenem Rohöl mit 0.7% Wasser wurden zunächst 30 kg. in acht Einzeldestillationen aus einer 5 Liter grossen kupfernen Destillierblase abdestilliert und in 4 Fraktionen geschieden.

Fr. 1	bis 250°	erhalten 4.3%	Fe. <sub>20</sub> 1.5	spez. Gew. 0.875
„ 2	„ 300°	„ 13.4%	„ 1.7	„ „ 0.907
„ 3	„ 350°	„ 12.3%	„ 5.0	„ „ 0.945
„ 4	„ spez. Gew.=1	„ 12.0%	„ 17.0	„ „ 0.995

Die Gesamtausbeute betrug somit 42%, in der Blase verblieb ein Pech von weicher Konsistenz und der Verlust war rund 2.5%.

Da bei 300° merkliche Zersetzung begann, so wurde zum Ende hin die Fraktionierung durch überhitzten Dampf und Vakuum unterstützt und die ganze Destillation überhaupt möglichst rasch durchgeführt. Je nach den Fraktionen war die Temperatur des überhitzten Dampfes von 160—300° und das Vakuum von 50—300 mm. In analoger Weise wurden dann weitere 1715 gr. Rohöl zu je ca. 550 gr. in einem kleineren kupfernen Destillierapparat bei langsamen Abtrieb in dieselben Fraktionen geschieden und schliesslich aus beiderlei Rohfraktionen durch systematische Redestillation je 8 Fraktionen in 25° Intervallen hergestellt. Die ersten wiederum bei raschem Abtrieb und die zweiten bei möglichst langsamem Gang 60—70 Tropfen die Minute. In der folgenden Tabelle 1 sind die korrespondierenden Zahlen für schnellen und langsamen Gang der Destillation in den einzelnen Spalten nebeneinander gestellt, die

Ausbeutezahlen sind in Prozenten des Rohöls gegeben. Diese Fraktionierung wurde in Glasretorten ausgeführt.

Fr.	Temp.	Ausbeute		Spez. Gew. 15°		Refraktometerwerte rl. □ 21		Viskosität „Engler“ 20°	
		r.	l.	r.	l.	r.	l.	r.	l.
1	bis 175°	0·4;	5·9%	0·820;	0·853	1·446;	1·468	0·9;	—
2	175—200°	1·0;	2·3%	0·844;	0·874	1·458;	1·480	1·0;	—
3	200—225°	3·2;	3·7%	0·867;	0·880	1·469;	1·486	1·1;	—
4	225—250°	4·4;	3·5%	0·882;	0·915	1·481;	1·500	1·6;	—
5	250—275°	5·8;	4·3%	0·902;	0·941	1·495;	1·513	1·8;	—
6	275—300°	5·5;	9·9%	0·931;	0·965	1·511;	1·528	2·4;	—
7	300—325°	7·0;	—	0·963;	0·970	1·530;	1·530	6·7;	—
8	325—350°	6·8;	—	0·988;	0·997	1·537;	1·546	28·0;	—

Es fehlen zwei Werte für Ausbeuten bei langsamer Destillation wegen vorgekommener Substanzverluste und die Viskositäten der letzten Spalte, die, infolge geringer Ölmengen, im Englerapparat nicht bestimmt werden konnten.

Bei der Fraktionierung verblieben rund 6% Pech, und die Gesamtausbeute an Öl stellte sich nun auf 34% bezogen auf das Rohöl und der pechartige Rückstand auf 61·4% bei 0·7% Wasser im Rohöl und 3·7% Arbeitsverlust (Gase und mechanische Verluste).

Das Ergebnis vielfacher, modifizierter Destillationsversuche wäre vorläufig folgendes:

Redestillation chemisch nicht behandelter Öle ist verknüpft mit Neubildung pechartiger Substanz.

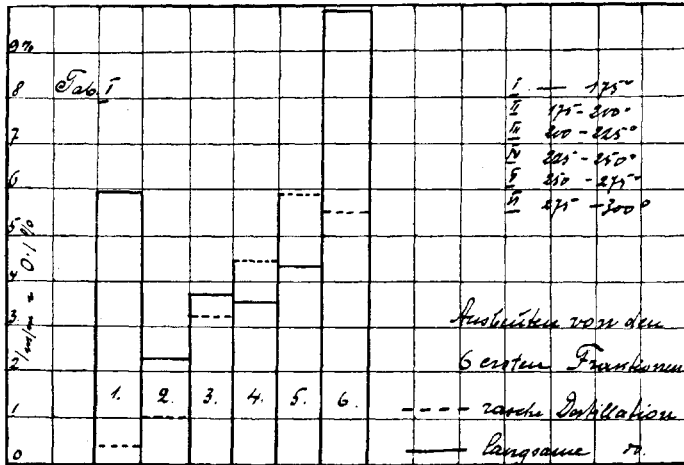
Die prozentuale Menge der pechartigen Substanz ist grösser bei langsamer Destillation kleiner Mengen und lässt sich bei entsprechender Verarbeitung des Rohöls im Grossbetriebe, d. h. bei Vermeidung der Zustände, die die Pechbildung fördern können, vermutlich ganz bedeutend herabsetzen.

Wasserdampf und Vakuum üben eine günstige Schutzwirkung aus.

Langsamer Abtrieb erhöht die Ausbeute an leichteren Fraktionen.

Die Kennziffern der Einzelfractionen sind abhängig von der Art und Weise der Destillationsausführung und der Form des Apparates.

Es deckt sich das alles mit den Erfahrungen, die bei anderen Ölen gemacht worden sind, und zu besserer Veranschaulichung mögen die folgenden Diagramme dienen: 1. betreffend Ausbeuten; 2. betreffend die spezifischen Gewichte und 3. die Refraktionswerte, für langsame und rasche Fraktionierung. Verhältnismässig wenig scheint die Fraktion 200—225° durch Änderungen der Arbeitsweise alteriert zu werden, und beachtenswert



ist ferner die Beobachtung, dass bei den Temperaturen 170°, 207—210°, 237° und 330° die Destillation längere Zeit eben bei diesen Temperaturen verläuft, während sonst im allgemeinen ein stetiges Ansteigen des Quecksilberfadens besteht.

Es seien an dieser Stelle einige Angaben eingefügt über Öle, die aus demselben Ölschiefer bei Aussenbeheizung (indirekter) in grösseren Retorten, jedoch bei höheren Temperaturen — 600—700° — erhalten wurden.

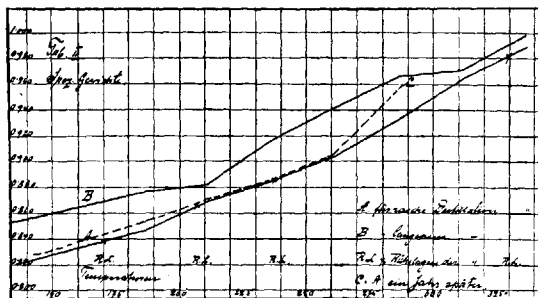
Rohöl. Spezifisches Gewicht 0·907. Fp. 37·5.

Eine fraktionierte Destillation des Rohöls ergab:

- |        |   |                 |                  |
|--------|---|-----------------|------------------|
| Fr. 1. | Temp. 65—150°.  | Ausbeute 9·9 %. | Spez. Gew. 0·790 |
| „ 2.   | „ 150—200°  | „ 27·5 %        | „ „ 0·831        |
| „ 3.   | „ 200—250°  | „ 17·5 %        | „ „ 0·879        |
| „ 4.   | „ 250—280°  | „ 7·5 %         | „ „ 0·925        |
| „ 5.   | mit überhitztem Dampf von 240° und unterschieden nach der Farbe in: |                 |                  |

- a) 4.4 ‰ Spez. Gew. 0.942  
 b) 7.5 ‰ Spez. Gew. 0.993  
 c) 2.1 ‰ „ „ 1.010

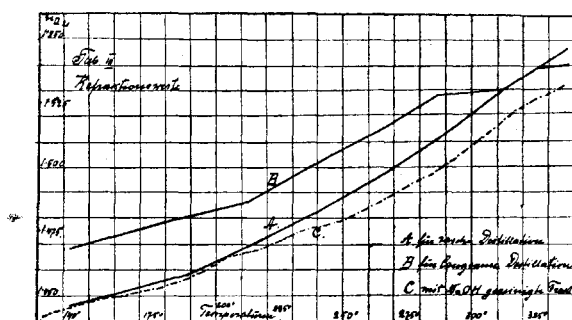
Die Anteile 3 und 4 wurden bei 90 mm. Vakuum abdestilliert. Weil diese Fraktionierung seinerzeit bei anderen Temperatur-Intervallen ausgeführt worden war, ist hier von einer Gegenüberstellung den ersten Werten abgesehen worden. Die Rohölausbeute war bei dieser Destillationsart, deren glatte praktische Durchführung auch heute noch nicht befriedigend gelungen ist, wesentlich kleiner als bei dem Verfahren „Pintsch“.



Die Schaulinien für die spezifischen Gewichte bei rascher und bei langsamer Temperatur verlaufen wesentlich verschieden, und zwar liegen die spezifischen Gewichte der bei langsamen Arbeiten erhaltenen Fraktionen niedriger. Zur Erklärung könnten etwa folgende Erwägungen in Betracht kommen: einmal ist die Ausbeute der leichtesten Fraktion bei raschem Destillieren viel geringer, d. h. die leichteren Öle verteilen sich auf die nächsten schwereren Fraktionen, zum anderen ist auch die Möglichkeit einer Neubildung leichter Öle nicht auszuschließen, und schliesslich werden bei lebhaftem Sieden von den Dämpfen feinste Ölteilchen mitgeführt, deren Temperatur höher ist als die des Dampfes, wodurch dann die Thermometeranzeige höher ausfällt als dies der Dampftemperatur entspricht. Infolgedessen haben diese Schaulinien nur einen informativen Wert hinsichtlich des Charakters der Änderungen der spezifischen Gewichte.

Von Interesse ist das Temperaturgebiet von 190—240°, wo, nach einer anfänglichen Neigung zum Zusammenkommen der spezifischen Gewichte, von etwa 210° ab wieder ein Auseinandergehen eintritt.

Einen ähnlichen Verlauf haben die Linien der Refraktionswerte. Wenn die spezifischen Gewichte in Tabelle II bei ca.  $312^{\circ}$  recht nah zusammenkommen, so findet ungefähr bei derselben Temperatur für die Refraktionswerte ein zeitweiliges Zusammen-



fallen statt. Die refraktometrischen Bestimmungen wurden bei Na-Licht mit einem Pulfrich-Apparat ausgeführt, und die Ermittlung der spezifischen Gewichte mit der Mohr'schen Wage und pyknometrisch.

Die einzelnen Fraktionen wurden nun in chemische Behandlung genommen, um festzustellen, welche Veränderung die charakteristischen Kennziffern hierdurch erfahren. Als Reinigungsmittel dienten verd. Natronlauge, verd. Schwefelsäure und Dimethylsulfat, das von H. Arnold für Abscheidung der ungesättigten und aromatischen Anteile im Urteer empfohlen ist.

Die in üblicher Weise ausgeführte Behandlung der Fraktionen mit 10—15% Natronlauge gibt keine erschöpfende Absonderung der Phenole und Säuren, weil Wasser- und Ölphase ganz merklich gegenseitig ineinander löslich sind. Eine derart durchgeführte rohe Trennung ergab durch NaOH entfernbare Bestandteile in Fraktion: 1) 11.0%; 2) 14.8%; 3) 16.0%; 4) 19.5%; 5) 20.0% und in 6) 20.8%. In 7 und 8 wurde die Bestimmung nicht weiter vorgenommen, weil bei ihrer Destillation reichlich Wasserdampf angewandt worden war.

Um nun ein Bild zu bekommen über die Art der Beeinflussung einiger Kennzahlen durch die NaOH-Behandlung, wurde einmal Rohöl mit NaOH gewaschen und alsdann durch dreimalige systematische Destillation in 25° Fraktionen geschieden, zum anderen wurden die ursprünglichen, direkt fraktionierten Öle mit NaOH behandelt und hiernach redestilliert, um möglichst gleichartiges,

trockenes Material zum Vergleich zu haben. In der folgenden Tabelle stehen unter I die Zahlen für unbehandeltes Öl, unter II die für die behandelten Fraktionen und unter III die Zahlen der aus behandeltem Rohöl erhaltenen Fraktionen.

	I		II		III	
	Spez. Gew.	Viskosit. 20°	Spez. Gew.	Viskosit. 20°	Spez. Gew.	Viskosit. 20°
1) bis 175°	0·820	0·9	0·808	—	0·808	—
2) 175—200°	0·844	1·0	0·824	—	0·824	—
3) 200—225°	0·867	1·1	0·845	—	0·849	—
4) 225—250°	0·882	1·6	0·856	1·1	0·861	1·1
5) 250—275°	0·902	1·8	0·872	1·3	0·877	1·4
6) 275—300°	0·931	2·4	0·895	1·8	0·898	1·8
7) 300—325°	0·963	6·7	0·906	3·2	0·923	3·4
8) 325—350°	0·988	28·0	0·956	2·6 bei 50°	0·975	2·7 bei 50°
9) 350—375°	—	—	—	—	0·996	5·5 „ „
10) 375—400°	—	—	—	—	1·012	15·2 „ „

Die Entfernung der Phenole und Säuren ergibt also ein Abfallen der spezifischen Gewichte und der Viskosität; die Abweichungen in den Werten der Spalten II und III erklären sich teilweise aus der Schwierigkeit der Einhaltung genau gleicher Bedingungen bei der Fraktionierung, bei den höchsten Fraktionen scheinen noch andere Einflüsse mitzuspielen. In den destillierten Ölen sub II wurde dann noch einmal die Menge der mit NaOH abscheidbaren Bestandteile ermittelt, und es ergaben sich deren für 1) 0·03%; 2) 0·12%; 3) 0·55%; 4) 0·65%; 5) 0·80%; 6) 1·10%; 7) 2·30%; 8) 2·60%.

Es wäre zu untersuchen, ob solche Mengen noch nach der NaOH Behandlung im Öl verbleiben oder bei der Destillation neugebildet wurden aus sauerstoffhaltigen Verbindungen, die ausser Phenolen und Säuren im Öl enthalten sind.

Die vorgenannten Bestimmungen wurden an Ölen rascher Destillation gemacht.

Von den Ölen langsamer Fraktionierung wurden die ersten 6 Fraktionen 2—3 Mal mit 10% NaOH und — nach Auswaschen mit Wasser — mit 10 und 20% H<sub>2</sub>SO<sub>4</sub> behandelt zur Beseitigung der Basen, deren Gehalt nicht an 1% heranreicht, und schliesslich mit Dimethylsulfat zweimal extrahiert, je 2 Teile Dimethylsulfat auf ein Teil Öl, — gewaschen und getrocknet.

Einmaliges Behandeln war ungenügend, die Öle zeigten starkes Nachdunkeln und auch nach der 2. Reinigung verblieb eine deutliche Empfindlichkeit gegen conc.  $H_2SO_4$ .

Von der Fraktion 250—275 wurde ein Teil viermal mit Dimethylsulfat ausgeschüttelt, es wurden so 62% des Öles wegextrahiert, das Produkt war fast geruchlos geworden, gab aber doch noch mit  $H_2SO_4$  eine unverkennbare Bräunung, d. h. es enthält durch Schwefelsäure angreifbare Teile, die durch Dimethylsulfat nicht entfernbar sind. Eine dreimalige Behandlung mit conc.  $H_2SO_4$  entzog dem Öl 60% (50%; 60%; 60%).

Die chemisch behandelten Öle wurden dann endlich noch einmal destilliert.

Nach den Einzelbehandlungen ergaben sich für die spezifischen Gewichte und Brechungskoeffiziente die folgenden Werte:

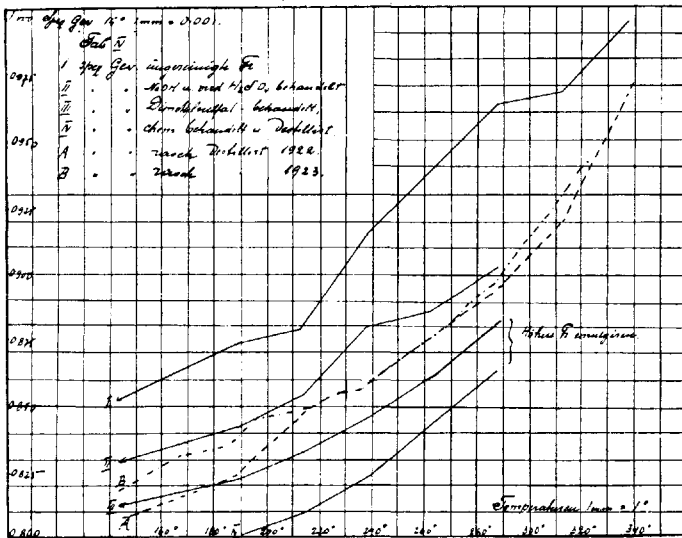
Spezifische Gewichte 15°.

Spalte I nach Behandlung mit NaOH und  $H_2SO_4$ .

„ II „ „ „ Dimethylsulfat.

„ III „ Destillation der chemisch gereinigten Öle.

„ IV entsprechende Zahlen der rohen Fraktionen.



	I	II	III	IV
Fr. bis 175	0·829	0·812	—	0·853
„ 175—200	0·842	0·822	0·801	0·874
„ 200—225	0·854	0·833	0·809	0·880
„ 225—250	0·881	0·846	0·823	0·915
„ 250—275	0·887	0·862	0·843	0·941
„ 275—300	0·905	0·882	0·864	0·965

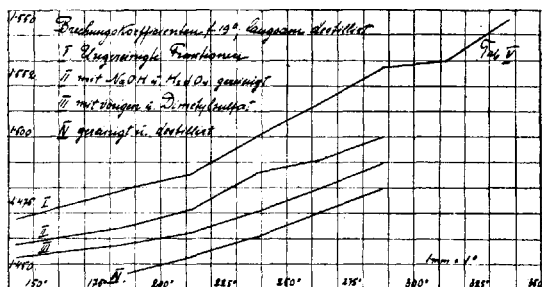
Die entsprechenden Schaulinien finden sich in der Tabelle IV. Die Fraktion bis 175° ist im Erfolg der Behandlung mit Dimethylsulfat überhaupt verschwunden und besteht somit wohl zum grössten Teil aus ungesättigten und absorbierbaren zyklischen Verbindungen.

In der folgenden Zusammenstellung sind die Refraktionswerte in derselben Ordnung zusammengefasst, wie oben die spezifischen Gewichte.

Refraktionswerte  $n_D$  18·5°.

Fr. bis 175°	1·458	2·453	—	1·468
„ 175—200°	1·465	1·458	1·447	1·480
„ 200—225°	1·472	1·463	1·453	1·486
„ 225—250°	1·486	1·471	1·461	1·500
„ 250—275°	1·491	1·480	1·471	1·513
„ 275—300°	1·500	1·490	1·480	1·528

Die entsprechenden Schaulinien gibt die Tabelle V. Ergänzend sei hier noch hinzugefügt, welche Mengen der ein-



zelnen Fraktionen durch Dimethylsulfat absorbiert wurden und das Mengenverhältnis der Öle von der letzten Destillation.

	Extrahiert	relative Menge
bis 175	34 <sup>0</sup> / <sub>0</sub>	—
175—200	33 <sup>0</sup> / <sub>0</sub>	10
200—225	27 <sup>0</sup> / <sub>0</sub>	17·5
225—250	25 <sup>0</sup> / <sub>0</sub>	38
250—275	33 <sup>0</sup> / <sub>0</sub>	24·5
275—300	25 <sup>0</sup> / <sub>0</sub>	10

In den Tabellen II und IV finden sich neben den bereits erwähnten Linien andere, die Bezug nehmen auf die Veränderungen der Öle bei längerem Aufbewahren. Die Linie C in Tabelle II zeigt die Änderung der spezifischen Gewichte der Rohfraktion im Laufe eines Jahres, und in der Tabelle IV charakterisiert die Linie B dasselbe für die mit NaOH gereinigte Fraktion, die Refraktionswerte konnten hier wegen zu starken Nachdunkels nicht bestimmt werden, wohl aber die Englerwerte für die Viskosität. Die folgende Zusammenstellung gibt unter 1 die Zahlen für die frischen Öle und unter 2 die entsprechenden Zahlen nach ca. einem Jahr.

	Spezifische Gewichte				Viskosität der Rohfraktion	
	Rohfraktionen		Mit NaOH behandelt			
	1.	2.	1.	2.	1.	2.
Fr. bis 175 <sup>0</sup>	0·820	0·823	0·808	—	—	—
„ 175—200 <sup>0</sup>	0·844	0·852	0·824	0·838	1·0	1·0
„ 200—225 <sup>0</sup>	0·867	0·868	0·845	0·849	1·1	1·1
„ 225—250 <sup>0</sup>	0·882	0·884	0·856	0·858	1·6	1·2
„ 250—275 <sup>0</sup>	0·902	0·906	0·872	0·877	1·8	1·5
„ 275—300 <sup>0</sup>	0·931	0·956	0·895	0·888	2·4	2·3

Im allgemeinen konnte so ein Ansteigen der spezifischen Gewichte und ein Abfallen der Viskosität festgestellt werden. Die Proben wurden bei gewöhnlichen Laboratoriumsverhältnissen in gewöhnlichen Stöpselflaschen gehalten und bei mehrfachem Luftzutritt infolge gelegentlicher Probeentnahmen. Das spezifische Gewicht des Rohöls war auf 1·052 gestiegen, aus den Rohfraktionen hatten sich schmierige Sedimente abgesetzt, und zwar relativ am meisten aus den Anteilen bis 175<sup>0</sup> und 225—250<sup>0</sup>. Die chemisch behandelten Proben waren klar, ohne Ausscheidungen und im Verhältnis zu den Rohfraktionen wenig nachge-

dunkelt, während die mit Dimethylsulfat extrahierten und destillierten nach der bisherigen Beobachtung keine Neigung zu Veränderungen zeigen.

Wenn man nun annehmen kann, dass in den Rohfraktionen, die ansehnliche Mengen durch NaOH absorbierbare Bestandteile enthalten, eben diese Phenole und weiter vielleicht auch die basischen Körper die Hauptursachen der Veränderungen sind, so weisen die Änderungen in den Eigenschaften der chemisch behandelten Öle auf die Gegenwart noch anderer instabiler Bestandteile hin.

Es wurde dann noch eine differenziertere Fraktionierung des mit NaOH behandelten Öles in 10<sup>0</sup> Fraktionen durchgeführt, in der Erwartung vielleicht doch einen konstanter siedenden Anteil zu finden, jedoch die folgenden Werte lassen so ein Beginnen ziemlich aussichtslos erscheinen.

	Spez. Gew.	$n_D$ 18.5
Fr. bis 160	0.800	1.443
„ 160—170	0.832	1.451
„ 170—180	0.833	1.453
„ 180—190	0.835	1.456
„ 190—200	0.846	1.460
„ 200—210	0.848	1.466
„ 210—220	0.850	1.469
„ 220—230	0.855	1.472
„ 230—240	0.857	1.477
„ 240—250	0.866	1.479
„ 250—260	0.872	1.482
„ 260—270	0.880	1.487
„ 270—280	0.890	1.492
„ 280—290	0.898	1.497
„ 290—300	0.911	1.504
„ 300—310	0.923	1.511
„ 310—320	0.937	1.519
„ 320—330	0.948	—
„ 330—340	0.957	1.529

Die Fraktion 200—225 wurde in 5<sup>0</sup> Anteile zerlegt mit folgendem Ergebnis:

	Spez. Gew.	$n_D$ 20°50
$\frac{195^0}{200}$	0·835	1·463
$\frac{200^0}{205}$	0·837	1·464
$\frac{205^0}{210}$	0·840	1·466
$\frac{210^0}{215}$	0·843	1·468
$\frac{215^0}{245}$	0·847	1·473

Somit auch hier ein stetiges Ansteigen der Kennzahlen und keinerlei bemerkenswerten Ruhelagen bei dieser Art der Untersuchung des komplizierten Gemisches der Öle aus dem Brennschiefer.

In den Laboratorien der hiesigen Universität ist die chemische Untersuchung des Öles von mehreren Seiten in Angriff genommen worden, und wenn diese, in den verschiedensten Richtungen eingestellten Arbeiten zum Abschluss gekommen sind, dann wäre eine weitere dringende Aufgabe, die Veredelung dieser Öle, die ja nun wohl auch schon als Trieb-, Heiz- und Schmieröle verwandt werden, auf gangbare Handelsprodukte für technische Zwecke aller Voraussicht nach viel aussichtsvoller anzufassen.

An den verwandten Urteerölen aus Braunkohle und Steinkohle ist ja in neuester Zeit in Westeuropa und Amerika ausserordentlich intensiv gearbeitet worden, und eine ganze Reihe von Verfahren stehen zum Ausprobieren gewissermassen zur Auswahl da. Möglicherweise ist die Frage für obige Öle bereits praktisch gelöst, und es ist nicht ausgeschlossen, eher lebhaft zu wünschen, dass die Frage auch für die Öle aus estländischem Ölschiefer rascher in der Praxis ihre Lösung finde, als aus der systematischen aber langsamen Laboratoriumsarbeit heraus.

Der grössere Teil der experimentellen Arbeit ist von meinen geschätzten Mitarbeitern Mag. chem. A. Mickwitz und J. Weshnjakow geleistet worden.

M. Wittlich.

Dorpat, Dezember 1923.