

(12)

# PATENTSCHRIFT

(21) Anmeldenummer: 1934/97 (51) Int. Cl.<sup>7</sup>: C10C 3/04  
(22) Anmelddatum: 14.11.1997  
(42) Beginn der Patentdauer: 15.08.1999  
(45) Ausgabedatum: 27.03.2000

(30) Priorität:

(73) Patentinhaber:  
OMV AKTIENGESELLSCHAFT  
A-1091 WIEN (AT).

(56) Entgegenhaltungen:  
DD 143268A DD 200158A GB 1460219A

(72) Erfinder:  
HARTNER OTTO ING.  
WIEN (AT).  
PUZ URSULA ING.  
WIEN (AT).

(54) VERFAHREN ZUM HERSTELLEN UND/ODER OXIDATIVEN BEHANDELN VON BITUMEN  
SOWIE VORRICHTUNG ZUR DURCHFÜHRUNG DES VERFAHRENS

(57) Verfahren zum Herstellen und/oder zum oxidativen Behandeln von Bitumen, wobei ein Rückstand aus einer atmosphärischen Destillation von Rohöl einer Vakuumdestillation unterworfen wird, worauf gegebenenfalls durch den Rückstand der Destillation Sauerstoff, z. B. Luft, gegebenenfalls unter Zugabe von Wasser, vorzugsweise bei gegenüber dem Atmosphärendruck erhöhtem Druck und einer Temperatur von 220 C bis 290 C, insbesondere von 240 C bis 270 C, geleitet wird, wobei der Rückstand aus der atmosphärischen Destillation geteilt wird und durch eine Teilmenge Sauerstoff, z. B. Luft, gegebenenfalls unter Zugabe von Wasser, vorzugsweise bei gegenüber dem Atmosphärendruck erhöhtem Druck, z. B. bei 2 bar bis 3 bar, und einer Temperatur von 220 C bis 290 C, insbesondere von 240 C bis 270 C, geleitet wird, worauf diese Teilmenge gemeinsam mit dem, vorzugsweise restlichen, Rückstand einer Vakuumdestillation unterzogen wird, worauf gegebenenfalls durch den Rückstand nach der Vakuumdestillation Sauerstoff, z. B. Luft, gegebenenfalls unter Zugabe von Wasser, vorzugsweise bei gegenüber dem Atmosphärendruck erhöhtem Druck, z. B. bei 2 bar bis 3 bar und einer Temperatur von 220 C bis 290 C, insbesondere von 240 C bis 270 C, geleitet wird.

AT 406 266 B

Die Erfindung hat ein Verfahren zum Herstellen und/oder zum oxidativen Behandeln von Bitumen zum Gegenstand, wobei ein Rückstand aus einer atmosphärischen Destillation von Rohöl einer Vakuumdestillation unterworfen wird. Die Erfindung bezieht sich weiters auf eine Vorrichtung, insbesondere zur Durchführung des erfindungsgemäßen Verfahrens.

5 Bitumen kommt rein und mit körnigen Feststoffen gemischt in der Natur vor. Der Einsatz des Bitumens ist auf Grund seiner geringsten Wasserlöslichkeit und seiner hohen Adhäsions- und Kohäsionskräfte zurückzuführen. Durch den vielfältigen Einsatz, wie zur Herstellung von Dachpappen, Schindeln, Feuchtigkeitsisolierungen von Bauwerken, wie Häusern, Mauern u. dgl. und insbesondere Deckschichten von Straßen, sind die natürlich vorkommenden Bitumen mengenmäßig nicht ausreichend. Um diesen steigenden Bedarf zu decken wurden Verfahren entwickelt, aus den Rückständen, die bei der atmosphärischen Destillation von Rohöl anfallen, Bitumen zu schaffen, welche die erforderlichen Eigenschaften aufweisen. Als Rohöl kommt hierbei naphthenbasisches und gemischtbasisches Rohöl in Frage. Je nach Zusammensetzung des Rückstandes wird derselbe entweder lediglich einer Vakuumdestillation unterzogen oder einer 10 Vakuumdestillation und anschließender Oxidation mit Sauerstoff, z. B. Luft, unterworfen. Mit der Vakuumdestillation sollen leichter flüchtige Bestandteile aus dem Rückstand entfernt werden, ohne eine thermische Zersetzung desselben zu bedingen. Durch die Behandlung des Rückstandes der Vakuumdestillation mit Sauerstoff kann der Erweichungspunkt des Bitumens erhöht und eine 15 Dehydrierung der Kohlenwasserstoffe erreicht werden. Eine entsprechende Vorrichtung sowie das Vakuumdestillation und anschließender Oxidation mit Sauerstoff, z. B. Luft, unterworfen. Mit der 20 Dehydrierung der Kohlenwasserstoffe erreicht werden. Eine entsprechende Vorrichtung sowie das Blasverfahren sind beispielsweise in der AT-353.157-B beschrieben.

Die DD 143 268 A betrifft ein Verfahren zur Herstellung von geblasenem Bitumen, wobei die Abwärme möglichst vollständig rückgewonnen werden soll. Hierbei wird der Rückstand aus einer Vakuumdestillation mit einer Temperatur von 350°C bis 370°C in einem Wärmetauscher auf 150°C bis 250°C abgekühlt und sodann in einen Blasreaktor verbracht. Das Produkt wird erneut in einem 25 Wärmetauscher auf die erforderliche Lagertemperatur von 140°C bis 200°C abgekühlt. Zur Steuerung der Reaktionstemperatur kann eine Teilmenge des abgekühlten Produktes aus dem Blasreaktor wieder zugeführt werden. Vereinfacht ausgedrückt, ist bei diesem Verfahren einerseits eine Wärmerückgewinnung vorgesehen und durch die Rückführung eines Teiles des bereits 30 geblasenen Rückstandes in den Blasreaktor wird ein Teil des bereits geblasenen Rückstandes erneut sauerstoffbehandelt, so dass im Endprodukt unterschiedlich lang mit Sauerstoff beaufschlagte Produkte vorliegen.

In der GB 1 460 219 wird ein diskontinuierliches Verfahren zur Oxidationspolymerisation eines Rückstandes aus einem Cracker und nicht von einem aromatischen Rohöl nach einer atmosphärischen Destillation mit einem hohen Aromatengehalt beschrieben. Auch hier wird ein Teil des 35 bereits einer Oxidation unterworfenen Rückstandes mit dem unbehandelten Vorprodukt vermischt, um die nachfolgende oxidative Polymerisation leichter zu starten. Falls erwünscht, kann vor dem Blasvorgang eine Vakuumdestillation zur Abtrennung leichter flüchtiger Substanzen durchgeführt werden. Dieser Rückstand wird sodann der Oxidationspolymerisation unterworfen, wobei aus dem Reaktor nur ein Teil des behandelten Produktes abgezogen wird und als Rückstand für eine 40 nächste Oxidationsbehandlung gemeinsam mit einem neuen Rückstand vermischt wird. Es wird hierbei ein Petrolpech gewonnen, das als Bindemittel für Fasern, als Elektrodenkoks oder für andere technische Verwendungen eingesetzt wird und einen sehr hohen Anteil an benzolunlöslichen Stoffen aufweist. Es ist daher als Straßenbaubitumen ungeeignet. Hier liegt genauso wie bei dem Verfahren gemäß der oben angeführten DDR-Patentschrift eine Mischung 45 von Produkten vor, die unterschiedlich langen Oxidationsvorgängen unterworfen wurden.

In der DD 2001 58 3 A1 wird ein Verfahren zur Herstellung von Industriebitumen als geblasenes Bitumen bezeichnet beschrieben. Dieses Verfahren soll besonders zur Verarbeitung von reaktionsträgen Rohstoffen geeignet sein. Diese Rohstoffe werden vor der oxidativen Behandlung auf eine Temperatur zwischen 400°C und 430°C erhitzt. Das so erhaltene Produkt wird entweder mit einem Vakuumdestillat als Rohstoff vermischt oder für sich einer Vakuumdestillation unterzogen und sodann mit Sauerstoff geblasen wird. Es soll damit der Einsatz 50 von begrenzt zur Verfügung stehenden hochviskosen Ölen verringert werden, da z. B. ein Rückmischen mit dem Vakuumrückstand erfolgt.

Voraussetzung für die bislang bekannten Verfahren zur Gewinnung von Bitumen ist, dass die Erdölrückstände aus der Destillation bei Normal- oder Unterdruck von einem Erdöl stammen, das selbst bereits einen höheren Gehalt an Asphaltenen aufweist und nur einen geringen Anteil an 55 paraffinischen Substanzen besitzt, da durch dieselben die Eigenschaften des Bitumens bei von der

Raumtemperatur abweichenden Temperaturen wesentlich verschlechtert werden. So wird bei tiefen Temperaturen die Rissanfälligkeit und bei hohen Temperaturen die Plastizität erhöht.

Der vorliegenden Erfindung ist zur Aufgabe gestellt, ein Verfahren zu schaffen, das erlaubt, Bitumen aus Rohöl zu erzeugen, das die Erfordernisse für Straßenbeläge aber auch für andere hohe Beanspruchung ausgesetzten Produkte erfüllt.

5 Eine weitere Aufgabe der vorliegenden Erfindung besteht darin, die Viskosität von Bitumen zu erhöhen, wobei der Blasvorgang des gesamten Rohöldestillationsrückstandes nicht verlängert werden muss, so dass keine Aufarbeitung von großen zusätzlichen Gasmengen, die durch oxidative Abbauprodukte des Erdöldestillatsrückstandes belastet sind, erforderlich ist.

10 Das erfindungsgemäße Verfahren zum Herstellen und/oder zum oxidativen Behandeln von Bitumen, wobei ein Rückstand aus einer atmosphärischen Destillation von Rohöl einer Vakuumdestillation unterworfen wird, worauf gegebenenfalls durch den Rückstand der Destillation, Sauerstoff, z. B. Luft, gegebenenfalls unter Zugabe von Wasser, vorzugsweise bei gegenüber dem Atmosphärendruck erhöhtem Druck, und einer Temperatur von 220°C bis 290°C, insbesondere von 240°C bis 270°C, geleitet wird, besteht im wesentlichen darin, dass der Rückstand aus der atmosphärischen Destillation geteilt wird und durch eine Teilmenge Sauerstoff, z. B. Luft, gegebenenfalls unter Zugabe von Wasser, vorzugsweise bei gegenüber dem Atmosphärendruck erhöhtem Druck, z. B. bei 2 bar bis 3 bar, einer Temperatur von 220°C bis 290°C, insbesondere 240°C bis 270°C, geleitet wird, worauf diese Teilmenge gemeinsam mit dem, vorzugsweise

15 restlichen, Rückstand einer Vakuumdestillation unterzogen wird, worauf gegebenenfalls durch den Rückstand nach der Vakuumdestillation Sauerstoff, z. B. Luft, gegebenenfalls unter Zugabe von Wasser, vorzugsweise bei gegenüber dem Atmosphärendruck erhöhtem Druck, z. B. bei 2 bar bis 3 bar und einer Temperatur von 220°C bis 290°C, insbesondere 240°C bis 270°C, geleitet wird. Mit der an der atmosphärischen Destillation anschließenden Vakuumdestillation wird auf schonende

20 Weise aus dem Rückstand der atmosphärischen Destillation ein höhersiedender Anteil abgezogen. Durch die Behandlung mit Sauerstoff, z. B. Luft, wird die Viskosität des Endproduktes erhöht. Je länger der Sauerstoff einwirkt, umso höher kann die Viskosität eingestellt werden. Es liegt hierbei ein exothermer Vorgang vor, dessen Temperatur gesteuert werden muß. Die Abgabe der Wärme kann über die Wandungen des Reaktors, gegebenenfalls unter zusätzlicher Kühlung, erfolgen. Die

25 Temperatur kann auch noch durch Zugabe von flüssigem Wasser in das Blasgas gesenkt werden, da das Wasser im Rückstand verdampft und Wasser einen hohen Wärmebedarf für den Verdampfungsvorgang aufweist. Die Zugabe von Wasser weist jedoch noch einen weiteren Vorteil auf, u. zw. dass flüchtige Substanzen aus dem Rückstand gestript werden können. Durch die

30 Teilung des Rückstandes aus der atmosphärischen Destillation und der oxidativen Behandlung einer Teilmenge, gegebenenfalls unter Zusatz von Wasser, kann erreicht werden, dass diese Teilmenge einer starken oxidativen Reaktion unterliegt. Der aromatische Anteil wird teilweise in Harze und Asphaltene übergeführt. Durch die Vermischung der oxidativ behandelten Teilmenge mit einer Restmenge des Rückstandes, der aus der atmosphärischen Destillation stammt, werden aromatische Komponenten dem Gemisch zugeführt. Durch die nachfolgende Vakuumdestillation

35 können die unerwünschten Paraffine zumindest teilweise gemeinsam mit anderen die Viskosität erniedrigenden Substanzen entfernt werden. Der Rückstand aus der Vakuumdestillation kann, falls erwünscht und erforderlich, einer weiteren Behandlung mit Sauerstoff, z. B. Luft, gegebenenfalls unter Zusatz von Wasser, unterzogen werden, um zusätzlich die Viskosität des Rückstandes aus der Vakuumdestillation zu erhöhen. Mit einem derartigen Verfahren ist es möglich, aus Rohölen die

40 bislang Bitumina geliefert haben, die ein ausgesprochen schlechtes Eigenschaftsniveau aufwiesen, mit wesentlich besseren Eigenschaften auszustatten bzw. Rohöle, die bislang in keiner Weise geeignet waren, um daraus Bitumen zu gewinnen, dafür eingesetzt werden können.

45 Wird ein Rückstand aus der atmosphärischen Destillation mit einem Gehalt von 25,0 Gew.-% bis 50,0 Gew.-% an Aromaten eingesetzt, so kann selbst aus Rohölen, die bislang in keiner Weise zur Herstellung von Bitumen geeignet waren, zur Weiterverarbeitung zu qualitativ hochstehendem Bitumen, wie z. B. für Straßenasphalt, eingesetzt werden.

50 Wird eine maximale Temperatur des Sumpfes der Vakuumdestillation zwischen 480°C und 540°C, insbesondere von 500°C bis 520°C eingehalten, so wird der thermische Abbau des Rückstandes gering gehalten, wobei zusätzlich die als Weichmacher für das Bitumen wirkenden Substanzen in erwünschtem Ausmaß abgetrennt werden können.

55 Wird die Teilmenge mit dem Rückstand aus der atmosphärischen Destillation auf einen Gehalt von 20,0 Gew.-% bis 40,0 Gew.-% an Aromaten gemischt, so kann ein nachfolgender Oxidationsprozess das Eigenschaftsniveau des Bitumens zusätzlich erhöhen.

Erfolgt die Teilung des Rückstandes aus der atmosphärischen Destillation, die Behandlung der Teilmenge mit Sauerstoff, z. B. Luft, und die Vakuumdestillation und gegebenenfalls die weitere Behandlung mit Sauerstoff, z. B. Luft, kontinuierlich, so ist ein Verfahren gegeben, das einen besonders geringen Einsatz von Energie erforderlich macht, wobei weiters keine Behälter für die 5 Lagerung von Zwischenprodukten erforderlich sind, so dass der Gesamtaufwand für das Verfahren wesentlich gesenkt werden kann.

Die erfindungsgemäße Vorrichtung, insbesondere zum Herstellen und/oder zum oxidativen Behandeln von Bitumen mit einem atmosphärischen Destillationsturm, welcher eine Rohrleitung für den Rückstand aufweist, über die eine Vakuumdestillationsanlage gespeist ist, deren Sumpf mit 10 einem Bitumenblasreaktor verbunden ist, besteht im wesentlichen darin, dass der Destillationsturm zusätzlich mit einem weiteren Bitumenblasreaktor verbunden ist, welcher gegebenenfalls seinerseits mit der Vakuumdestillationsanlage verbunden ist. Eine derartige Anlage erlaubt auf einfache Weise eine Ableitung einer Teilmenge aus dem Sumpf der atmosphärischen Destillationsanlage. Weiters kann diese Teilmenge einfach oxidiert und sodann wieder mit der 15 restlichen Menge in der Vakuumdestillationsanlage vereinigt werden, worauf, je nach Erfordernis, die weitere Verarbeitung des so erhaltenen Bitumens durchgeführt werden kann. Eine derartige Anlage erlaubt eine kontinuierliche Verarbeitung von Rohölrückständen aus der atmosphärischen Destillation, die bislang entweder ein schlechtes oder überhaupt kein einsatzfähiges Produkt, das dem Begriff Bitumen entspricht, liefert hat, herzustellen.

20 Im folgenden wird die Erfindung anhand der Zeichnung und Beispiele näher erläutert.

Die Zeichnung zeigt in schematischer Darstellung eine Vorrichtung zur kontinuierlichen Aufarbeitung des Rückstandes aus einer atmosphärischen Destillation.

Bei der in der Zeichnung dargestellten Vorrichtung wird über die Leitung 1 Rohöl mit einer Temperatur von 370°C in den atmosphärischen Destillationsturm 2 eingeführt. Der Turm weist 25 einen nicht dargestellten Kopfkühler und neunzehn Glockenböden auf, aus welchen die verschiedenen Fraktionen abgezogen werden. Aus dem Sumpf 3 des Destillationsturmes 2 wird der Rückstand über die Rohrleitung 4 mit 320°C über das Ventil 5 abgezogen oder über die Ventile 6 und 7 der weiteren Umsetzung zu einem Bitumen mit höherem Eigenschaftsniveau zugeführt. Durch die unterschiedliche Offenstellung der Ventile 6, 7 wird der Rückstand aus dem Destillationsturm 2, welcher über die Pumpe 8 gefördert wird, geteilt. Über das Ventil 6 und die Leitung 9 gelangt ein Teil des Rückstandes in einen Bitumenblasreaktor 10, in welchen gemäß Pfeil X Luft 30 und flüssiges Wasser eingeleitet werden. Das über die Leitung 11 abgezogene Gas wird über eine nicht dargestellte Filteranlage mit einem Elektrofilter gereinigt und der Umgebungsluft zugeführt. Der nicht einer oxidativen Behandlung unterworfen Anteil des Rückstandes gelangt über das Ventil 7 in die Rohrleitung 12, in welche auch die Rohrleitung 13 aus dem Sumpf des Bitumenblasreaktors 10 mündet. Diese Leitung 12 mündet ihrerseits in die Vakuumdestillationsanlage 14, in welcher über die Leitung 15 die flüchtigen Substanzen abgezogen werden. In der Vakuumdestillationsanlage 14 ist weiters eine Heizung 16 angeordnet, über welche die Erhitzung 35 des Einsatzes erfolgt. Aus dem Sumpf wird sodann über die Rohrleitung 17 das Produkt über die Rohrleitung 21 abgezogen oder einem weiteren Bitumenblasreaktor 18 zugeführt, dem entsprechend dem Pfeil Y Luft und Wasser in flüssiger Form zugeführt wird. Die Gase werden über die Abgasleitung 19 einer Aufbereitungsanlage zugeführt und sodann an die Umluft abgegeben. Das fertige Produkt wird über die Rohrleitung 20 aus dem Bitumenblasreaktor 18 abgezogen.

45 Vergleichsbeispiel 1:

Ein Rohöl aus 70 Vol.-% Arab light und 30 Vol.-% Arab heavy wurde einer atmosphärischen Destillation mit einem Schnittpunkt bei 345°C unterzogen. Der Rückstand wies die in Tabelle 1 angeführte(n) Eigenschaften und Zusammensetzung auf. Dieser wurde sodann einer 50 Vakuumdestillation bei 133,3 Pa und einem Schnittpunkt von 510°C unterzogen. Der aus der Vakuumdestillation abgezogene Rückstand, das so erhaltene Bitumen, wies die in Tabelle 2 angeführte(n) Eigenschaften und Zusammensetzung auf.

Vergleichsbeispiel 2:

55 Es wurde ein Rohöl 79 Vol.-% Dubai und 21 Vol.-% Kuwait gemäß Vergleichsbeispiel 1 einer atmosphärischen Destillation unterzogen. Der Rückstand wies die in Tabelle 1 angeführte(n) Eigenschaften und Zusammensetzung auf. Dieser wurde sodann einer Vakuumdestillation

unterzogen. Der aus der Vakuumdestillation abgezogene Rückstand wies die in Tabelle 2 angeführte(n) Eigenschaften und Zusammensetzung auf.

5       Vergleichsbeispiel 3:

Es wurde ein Rohöl Ural Blend gemäß Vergleichsbeispiel 1 einer atmosphärischen Destillation unterzogen. Der Rückstand wies die in Tabelle 1 angeführte(n) Eigenschaften und Zusammensetzung auf. Dieser wurde sodann einer Vakuumdestillation unterzogen. Der aus der Vakuumdestillation abgezogene Rückstand wies die in Tabelle 2 angeführte(n) Eigenschaften und Zusammensetzung auf.

10      Vergleichsbeispiel 4:

15      Es wurde ein Rohöl Amna gemäß Vergleichsbeispiel 1 einer atmosphärischen Destillation unterzogen. Der Rückstand wies die in Tabelle 1 angeführte(n) Eigenschaften und Zusammensetzung auf. Dieser wurde sodann einer Vakuumdestillation unterzogen. Der aus der Vakuumdestillation abgezogene Rückstand wies die in Tabelle 2 angeführte(n) Eigenschaften und Zusammensetzung auf.

20      Vergleichsbeispiel 5:

25      Es wurde ein Rohöl Brega gemäß Vergleichsbeispiel 1 einer atmosphärischen Destillation unterzogen. Der Rückstand wies die in Tabelle 1 angeführte(n) Eigenschaften und Zusammensetzung auf. Dieser wurde sodann einer Vakuumdestillation unterzogen. Der aus der Vakuumdestillation abgezogene Rückstand wies die in Tabelle 2 angeführte(n) Eigenschaften und Zusammensetzung auf.

30      Beispiel 6:

35      20 Gew.-% des gemäß Vergleichsbeispiel 3 gewonnenen Rückstandes von Rohöl Ural Blend nach der atmosphärischen Destillation wurde in einem Laborbitumenblasreaktor (im folgenden Paratoxreaktor genannt) bei 240°C und 1,4 bar 3,75 Stunden lang mit 0,7 Liter Luft pro Minute und Kilogramm Einsatz und 0,25 Liter flüssigem Wasser pro Stunde beaufschlagt. Der Reaktor wies ein Gesamtvolumen von  $14 \cdot 10^{-3} \text{ m}^3$  auf und es wurden kontinuierlich 2,16 Liter pro Stunde des Rückstandes aus der atmosphärischen Destillation zugeführt und die analoge Menge an mit Sauerstoff behandelten Rückstand aus dem Reaktor abgezogen. Dieser mit Sauerstoff behandelte Rückstand, dessen Zusammensetzung und Eigenschaften in Tabelle 3 angeführt sind, wurde sodann mit dem restlichen Rückstand vermischt. Die so erhaltene Mischung wies einen Gehalt von 26,1 Gew.-% Aromaten auf und wurde einer Vakuumdestillation bei 133,3 Pa mit einem Schnittpunkt von 510°C unterzogen. Der so erhaltene Rückstand wies die in Tabelle 4 angeführten Eigenschaften auf. Der Rückstand aus der Vakuumdestillation wurde sodann erneut einer kontinuierlichen Sauerstoffbehandlung in einem Bitumenblasreaktor unter folgenden Bedingungen: 270°C; Druck: 190 Pa; Luft: 0,7 Liter pro Minute und Kilogramm Einsatz; 0,25 Liter flüssiges Wasser pro Stunde unterzogen. Der so behandelte Rückstand wies die in Tabelle 5 angeführten Eigenschaften auf.

40      Beispiel 7:

45      Es wurde analog Beispiel 6 verfahren, wobei ein Rückstand auf Basis des Rohöles Amna zum Einsatz kam. Die Mischung aus dem mit Sauerstoff behandelten und unbehandelten wies ein Gehalt von 30,7 . Gew.-% Aromaten auf.

50      Beispiel 8:

55      Es wurde analog Beispiel 5 verfahren, wobei ein Rückstand nach einem Rohöl Brega zum Einsatz gekommen ist. Die Mischung aus dem mit Sauerstoff behandelten und unbehandelten wies ein Gehalt von 36,9 Gew.-% Aromaten auf.

**Vergleichsbeispiel 9:**

Der Rückstand aus der Vakuumdestillation nach dem Rohöl 70 Vol.-% Arab light und 30 Vol.-% Arab heavy wurde mit einem Kalk-Brechkornmaterial aus Deutsch Altenburg, Niederösterreich, mit einer Korngrößenverteilung 8,5 Gew.-% unter 0,09 mm, 37,8 Gew.-% Siebdurchgang bei 2 mm und 16,7 % größer 11 mm, Rest kleiner 11 mm, größer 2 mm. 4,755 kg des Gesteins wurden mit 0,245 kg des Rückstandes aus der Vakuumdestillation nach dem Rohöl 70 Vol.-% Arab light und 30 Vol.-% Arab heavy gemischt und es wurde der Hohlraumgehalt nach Marshall gemäß DIN 1996, Teil 7, der Tragwert nach Marshall gemäß DIN 1996, Teil 11 bestimmt. Es wurden die in Tabelle 6 angegebenen Werte für das Asphaltmischgut erhalten.

**Vergleichsbeispiel 10:**

Es wurde nach Vergleichsbeispiel 9, jedoch mit dem Vakuumrückstand nach 79 % Dubai und 21 % Kuwait gemäß Vergleichsbeispiel 2 verfahren. Es wurden die in Tabelle 6 angegebenen Werte erhalten.

**Vergleichsbeispiel 11:**

Es wurde mit dem Rückstand nach dem Rohöl Ural Blend nach der Vakuumdestillation (Vergleichsbeispiel 3) gemäß Vergleichsbeispiel 9 verfahren. Es wurden die in Tabelle 6 angegebenen Werte erhalten.

**Vergleichsbeispiel 12:**

Es wurde gemäß Vergleichsbeispiel 9, jedoch mit Rückstand des Gemisches nach dem Rohöl Amna (Vergleichsbeispiel 4) gemäß Vergleichsbeispiel 9 verfahren. Es wurden die in Tabelle 6 angegebenen Werte erhalten.

**Vergleichsbeispiel 13:**

Es wurde der Rückstand des Gemisches nach dem Rohöl Brega nach der Vakuumdestillation (Vergleichsbeispiel 5) gemäß Vergleichsbeispiel 9 verfahren. Es wurden die in Tabelle 6 angegebenen Werte erhalten.

**Beispiel 14:**

Es wurde gemäß Vergleichsbeispiel 9 mit dem Rückstand des Gemisches nach dem Rohöl Ural Blend aus dem Bitumenblasreaktor und der atmosphärischen Destillation nach der Vakuumdestillation gemäß Beispiel 6 verfahren. Es wurden die in Tabelle 7 angegebenen Werte erhalten.

**Beispiel 15:**

Es wurde gemäß Vergleichsbeispiel 9 mit dem Rückstand des Gemisches nach dem Rohöl Amna aus dem Bitumenblasreaktor und der atmosphärischen Destillation nach der Vakuumdestillation gemäß Beispiel 7 verfahren. Es wurden die in Tabelle 7 angegebenen Werte erhalten.

**Beispiel 16:**

Es wurde gemäß Vergleichsbeispiel 9 mit dem Rückstand des Gemisches nach dem Rohöl Brega aus dem Bitumenblasreaktor und der atmosphärischen Destillation nach der Vakuumdestillation gemäß Beispiel 8 verfahren. Es wurden die in Tabelle 7 angegebenen Werte erhalten.

**Beispiel 17:**

Es wurde gemäß Vergleichsbeispiel 9 mit dem Rückstand des Rohöls Ural Blend und Behandlung des Gemisches nach der Vakuumdestillation im Bitumenblasreaktor gemäß Beispiel 6 verfahren. Es wurden die in Tabelle 7 angegebenen Werte erhalten.

5

Beispiel 18:

10 Es wurde gemäß Vergleichsbeispiel 9 mit dem Rückstand des Rohöls Amna und Behandlung des Gemisches nach der Vakuumdestillation im Bitumenblasreaktor gemäß Beispiel 7 verfahren. Es wurden die in Tabelle 7 angegebenen Werte erhalten.

15

Es wurde gemäß Vergleichsbeispiel 9 mit dem Rückstand des Rohöls Brega und Behandlung des Gemisches nach der Vakuumdestillation im Bitumenblasreaktor gemäß Beispiel 8 verfahren. Es wurden die in Tabelle 7 angegebenen Werte erhalten.

20

Ein Vergleich der Rückstände nach der atmosphärischen Destillation (Tabelle 1) zeigt, dass dieselben nach dem Gemisch Arab light und Arab heavy bzw. Dubai und Kuwait Bitumina einen erwünscht niedrigen Gehalt an gesättigten Kohlenwasserstoffen und einen hohen Gehalt an Aromaten aufweisen. Die Summe aus Harzen und Asphalteneinheiten beträgt jeweils über 20 Gew.-%, wobei der Gehalt an Paraffin als niedrig zu bezeichnen ist. Die Viskosität weist selbst bei 80°C hohe Werte auf. Die Rückstände nach der atmosphärischen Destillation von Ural Blend, Amna und Brega weisen einen mehr als doppelten Gehalt an Gesättigten gegenüber den beiden oben angeführten Bitumina auf, wobei der Gehalt an Aromaten ca. zwei Drittel beträgt. Die Summe von Harzen und Asphalteneinheiten ist weit unter 20 Gew.-%, wobei der Paraffingehalt ca. das Doppelte gegenüber den beiden oben angeführten Bitumina beträgt. Die Viskosität bei 80°C beträgt lediglich ein Fünftel bis ein Viertel von dem erforderlichen Wert.

25

Die Rückstände nach der Vakuumdestillation von Ural Blend, Amna und Brega (Tabelle 2) zeigen im wesentlichen erneut signifikante Unterschiede im Gehalt an den Aromaten und der Summe von Harzen und Asphalteneinheiten. Der Erweichungspunkt liegt zwischen 40°C und 50°C. Die Viskosität der Bitumina nach Arab light und Arab heavy sowie Dubai und Kuwait liegt bei 100°C um zumindest eine Zehnerpotenz höher als bei den Rückständen von Ural Blend, Amna und Brega.

30

Die in Tabelle 3 angegebenen Werte zeigen, dass durch das Blasen mit Luft die Rückstände nach der atmosphärischen Destillation einen signifikanten Anstieg bei Harzen und Asphalteneinheiten auf das Drei- bis Vierfache aufweisen, wohingegen der Paraffingehalt im wesentlichen unverändert verbleibt.

35

Ein Vergleich der Bitumina gemäß Vergleichsbeispiel 1 und 2 der Tabelle 2 und der Bitumina, gewonnen nach dem erfindungsgemäß Verfahren gemäß der Beispiele 6, 7 und 8 (Tabelle 4) zeigt, dass der Gehalt an Gesättigten bei den erfindungsgemäß Produkten wesentlich höher ist, wohingegen der Gehalt an Aromaten ungefähr die Hälfte der Bezugswerte aufweist. Der Gehalt an Harzen ist nach wie vor höher, wohingegen der Asphalteneinhalt im wesentlichen mit dem Bitumina der Vergleichsbeispiele 1 und 2 übereinstimmt. Ein Übereinstimmen liegt weiters in etwa bei der Penetration bei 25°C vor, wohingegen die Viskosität bei allen Temperaturen geringer ist.

40

Ein Vergleich der Werte der Tabelle 4 mit jener der Tabelle 5 zeigt, dass der weitere Sauerstoffblasvorgang des Gemisches eine signifikante Absenkung des Gehaltes der Aromaten bewirkt, wohingegen die Harze und Asphaltene bis zum Doppelten zunehmen. Weiters liegt eine Zunahme des Molekulargewichtes auf den zwei- bis vierfachen Wert vor. Der Erweichungspunkt wurde zumindest um 10°C angehoben. Eine wesentliche Steigerung konnte auch bei den Viskositätswerten erhalten werden.

45

Der Vergleich der Werte der Asphaltmischgute kann anhand der in den Tabellen 6 und 7 angeführten Werte durchgeführt werden, wobei die Vergleichsbeispiele 9 und 10 für Straßenbeläge besonders gute Eigenschaften aufweisen. Die Mischungen gemäß der Vergleichsbeispiele 11, 12 und 13, wobei das Bindemittel aus dem Rohöl Ural Blend, Amna und Brega nach atmosphärischer- und Vakuumdestillation erhalten wurde, zeigen, dass sowohl die Penetration als auch die Trag- und Fließwerte so gering sind, dass keine Eignung für einen Straßenbelag gegeben ist.

Die in Tabelle 7 angegebenen Werte zeigen, dass ein für Straßenbeläge geeignetes Gemisch bereits mit einfacher Blasung einer Teilmenge mit Sauerstoff, anschließendem Mischen und anschließender Vakuumdestillation bei den Rohölen Ural Blend und Amna gegeben ist, wohingegen bei dem Rohöl Brega für die Eignung als Bindemittel für Straßenbeläge diese 5 Mischung erneut einem Blasvorgang unterworfen werden muss. Der Vergleich der Bitumina gemäß Stand der Technik mit dem nach dem erfindungsgemäßen Verfahren Hergestellten zeigt, dass eine vergleichbare Festigkeit vorliegt und der Bindemittelbedarf für das Asphaltmischgut ebenfalls in etwa gleich ist. Die Marshall-Tragwerte zeigen, dass die nach dem erfindungsgemäßen Verfahren hergestellten Bindemittel ebenfalls günstige Klebwirkung zum Gestein aufweisen.

**A T 4 0 6 2 6 6 B**

**TABELLE 1**  
Rückstände nach der atmosphärischen Destillation

5

10

Vergleichbeispiel		1	2	3	4	5
Gehalt an:	Dimension	70% Arab l. 30% Arab h.	79% Dubai 21% Kuwait	Ural Blend	Amna	Brega
Gestättigten	Gew.-%	18,7	20,0	53,0	47,7	46,1
Aromaten	Gew.-%	60,4	59,1	29,4	34,8	40,7
Harzen	Gew.-%	10,7	10,1	12,7	8,6	9,1
Asphaltenen	Gew.-%	10,2	10,8	4,9	8,9	4,1
Paraffin	Gew.-%	2,3	2,7	5,7	6,1	5,3
mittleres Molekulargew.		1242	1366	1150	1360	920
Penetration bei 25°C	mm . 10 <sup>-1</sup>	nicht bestimmbar	nicht bestimmbar	nicht bestimmbar	nicht bestimmbar	nicht bestimmbar
Erweichungs- punkt	°C	nicht bestimmbar	nicht bestimmbar	nicht bestimmbar	nicht bestimmbar	nicht bestimmbar
Viskosität bei:						
60°C	mPas	-	-	62,3	-	-
80°C	mPas	193	180	28,6	55,9	36,7
100°C	mPas	79	60	15,5	27,9	20,3
135°C	mPas	25	20	-	11,7	9,8

**Tabelle 2**  
Rückstände nach der Vakuumdestillation

Vergleichbeispiel		1	2	3	4	5
Gehalt an:	Dimension	70% Arab l. 30% Arab h.	79% Dubai 21% Kuwait	Ural Blend	Amna	Brega
Gestättigten	Gew.-%	5,4	4,7	26,3	42,3	30,9
Aromaten	Gew.-%	58,7	53,1	27,6	30,7	47,6
Harzen	Gew.-%	17,6	24,6	35,6	15,3	14,2
Asphaltenen	Gew.-%	18,3	17,6	10,5	11,7	7,3
Paraffin	Gew.-%	2,1	2,2	3,9	4,9	
mittleres Molekulargew.		1734	1736	1935	2037	1259
Penetration bei 25°C	mm . 10 <sup>-1</sup>	109	66	>400	nicht bestimmbar	nicht bestimmbar
Erweichungs- punkt	°C	43,0	48,0	45,0	46,5	47,0
Viskosität bei:						
60°C	mPas	-	-	3,9 . 10 <sup>3</sup>	-	-
80°C	mPas	10,7 . 10 <sup>3</sup>	-	889	459	296
100°C	mPas	2,3 . 10 <sup>3</sup>	2,6 . 10 <sup>3</sup>	281	160	115
135°C	mPas	304	328	72	45	34

## Rückstände nach der atmosphärischen Destillation mit Luft geblasen

Gehalt an:	Dimension	Ural Blend	Amna	Brega
Gestättigten	Gew.-%	47,3	41,7	39,7
Aromaten	Gew.-%	12,3	16,3	18,2
Harzen	Gew.-%	22,0	23,8	29,3
Asphaltenen	Gew.-%	18,4	18,2	12,8
Paraffin	Gew.-%	5,6	6,3	5,5
mittleres Molekulargew.		7745	7556	7268
Penetration bei 25°C	mm . 10 <sup>-1</sup>	373	nicht bestimmbar	337
Erweichungspunkt	°C	67,5	48,0	48,5
Viskosität bei:				
60°C	mPas	3640000	-	-
80°C	mPas	89000	-	1761
100°C	mPas	6678	431	-
135°C	mPas	286	-	45,1

**Tabelle 4**

Rückstände nach der Vakuumdestillation der Gemische geblasener und ungeblasener Rückstand

Beispiel	Dimension	6	7	8
Gehalt an:				
Gestättigten	Gew.-%	22,6	35,7	34,6
Aromaten	Gew.-%	30,1	33,4	36,6
Harzen	Gew.-%	29,5	16,8	18,9
Asphaltenen	Gew.-%	17,8	14,1	9,9
Paraffin	Gew.-%	3,2	3,9	4,0
mittleres Molekulargew.		4509	2266	1823
Penetration bei 25°C	mm . 10 <sup>-1</sup>	172	nicht bestimmbar	nicht bestimmbar
Erweichungspunkt	°C	45,0	42,5	nicht bestimmbar
Viskosität bei:				
60°C	mPas	17704	-	-
80°C	mPas	2840	360	254
100°C	mPas	722	-	-
135°C	mPas	145	40,5	28,7

Tabelle 5

Mit Luft geblasene Rückstände nach der Vakuumdestillation des Gemisches geblasener und ungeblasener Rückstand

10

Beispiel		6	7	8
Gehalt an:	Dimension	Ural Blend	Amna	Brega
Gestättigten	Gew.-%	21,0	32,8	32,1
Aromaten	Gew.-%	20,1	17,0	18,1
Harzen	Gew.-%	32,6	25,0	30,2
Asphaltenen	Gew.-%	26,3	25,2	19,6
Paraffin	Gew.-%	3,1	3,7	4,0
mittleres Molekulargew.		8631	5252	7469
Penetration bei 25°C	mm . 10 <sup>-1</sup>	111	108	90
Erweichungspunkt	°C	52,0	62,0	60,0
Viskosität bei:				
60°C	mPas	-	-	-
80°C	mPas	4,7 . 10 <sup>3</sup>	-	27327
100°C	mPas	1,2 . 10 <sup>3</sup>	6545	-
135°C	mPas	240	472	249

TABELLE 6

5

Vergleichbeispiel	Dimension	9	10	11	12	13
<b>Korngerüst</b>						
>11 mm	Gew.-%	16,7	16,7	16,7	16,7	16,7
2 – 1 mm	Gew.-%	45,5	45,5	45,5	45,5	45,5
Sand	Gew.-%	29,3	29,3	29,3	29,3	29,3
Füller	Gew.-%	8,5	8,5	8,5	8,5	8,5
<b>Bitumen</b>						
Erweichungspunkt	°C	43,0	48,0	45,0	46,5	47,0
Penetration bei 25°C	mm . 10 <sup>-1</sup>	109	66	>400	nicht best. bar	nicht best. bar
<b>Mischgut</b>						
Bitumengehalt	Gew.-%	4,9	4,9	4,9	4,9	4,9
Tragwert	kN	11,0	13,1	0,3	nicht best. bar	nicht best. bar
Fließwert	mm	3,3	2,9	3,7	nicht best. bar	nicht best. bar
Hohlraumgehalt	Vol.-%	3,1	3,3	2,9	nicht best. bar	nicht best. bar

# AT 406 266 B

5

**TABELLE 7**

Beispiel		14	15	16	17	18	19
	Dimension						
<b>Korngerüst</b>							
>11 mm	Gew.-%	16,7	16,7	16,7	16,7	16,7	16,7
2 – 1 mm	Gew.-%	45,5	45,5	45,5	45,5	45,5	45,5
Sand	Gew.-%	29,3	29,3	29,3	29,3	29,3	29,3
Füller	Gew.-%	8,5	8,5	8,5	8,5	8,5	8,5
<b>Bitumen</b>							
Erweichungspunkt	°C	45,0	42,0	n. best. bar	52,0	62,0	60,0
Penetration bei 25°C	mm . 10 <sup>-1</sup>	172	nicht bestimmbar	nicht bestimmbar	111	108	90
<b>Mischgut</b>							
Bitumengehalt	Gew.-%	4,9	4,9	4,9	4,9	4,9	4,9
Tragwert	kN	6,5	0,4	n. best. bar	12,0	11,0	11,5
Fließwert	mm	4,3	5,6	n. best. bar	3,1	3,5	3,3
Hohlräumgehalt	Vol.-%	3,0	3,0	n. best. bar	3,1	3,5	3,3

10

**Patentansprüche:**

1. Verfahren zum Herstellen und/oder zum oxidativen Behandeln von Bitumen, wobei ein Rückstand aus einer atmosphärischen Destillation von Rohöl einer Vakuumdestillation unterworfen wird, worauf gegebenenfalls durch den Rückstand der Destillation Sauerstoff, z. B. Luft, gegebenenfalls unter Zugabe von Wasser, vorzugsweise bei gegenüber dem Atmosphärendruck erhöhtem Druck und einer Temperatur von 220°C bis 290°C, insbesondere von 240°C bis 270°C, geleitet wird, dadurch gekennzeichnet, dass der Rückstand aus der atmosphärischen Destillation geteilt wird und durch eine Teilmenge Sauerstoff, z. B. Luft, gegebenenfalls unter Zugabe von Wasser, vorzugsweise bei gegenüber dem Atmosphärendruck erhöhtem Druck, z. B. bei 2 bar bis 3 bar, und einer Temperatur von 220°C bis 290°C, insbesondere von 240°C bis 270°C, geleitet wird, worauf diese Teilmenge gemeinsam mit dem, vorzugsweise restlichen, Rückstand nach der Vakuumdestillation unterzogen wird, worauf gegebenenfalls durch den Rückstand nach der Vakuumdestillation Sauerstoff, z. B. Luft, gegebenenfalls unter Zugabe von Wasser, vorzugsweise bei gegenüber dem Atmosphärendruck erhöhtem Druck, z. B. bei 2 bar bis 3 bar und einer Temperatur von 220°C bis 290°C, insbesondere von 240°C bis 270°C, geleitet wird.
2. Verfahren nach Anspruch 1, dadurch gekennzeichnet, dass ein Rückstand aus der atmosphärischen Destillation mit einem Gehalt von 25,0 Gew.-% bis 50,0 Gew.-% an Aromaten eingesetzt wird.
3. Verfahren nach Anspruch 1 oder 2, dadurch gekennzeichnet, dass bei der Vakuumdestillation eine maximale Temperatur des Sumpfes zwischen 480°C bis 540°C, insbesondere von 500°C bis 520°C eingehalten wird.
4. Verfahren nach Anspruch 1, 2 oder 3, dadurch gekennzeichnet, dass die Teilmenge mit dem Rückstand aus der atmosphärischen Destillation auf einen Gehalt von 20,0 Gew.-% bis 40,0 Gew.-% an Aromaten gemischt wird.
5. Verfahren nach einem der Ansprüche 1 bis 4, dadurch gekennzeichnet, dass die Teilung des Rückstandes aus der atmosphärischen Destillation, die Behandlung der Teilmenge mit Sauerstoff, z. B. Luft, und die Vakuumdestillation und gegebenenfalls die weitere Behandlung mit Sauerstoff, z. B. Luft, kontinuierlich erfolgt.
6. Vorrichtung, insbesondere zur Durchführung des Verfahrens nach einem der Ansprüche 1 bis 5, mit einem atmosphärischen Destillationsturm (2), welcher eine Rohrleitung (4) für den Rückstand aufweist, über die eine Vakuumdestillationsanlage (14) gespeist ist, deren Sumpf mit einem Bitumenblasreaktor verbunden ist, dadurch gekennzeichnet, dass der Destillationsturm (2) zusätzlich mit einem weiteren Bitumenblasreaktor (10) verbunden ist, welcher gegebenenfalls seinerseits mit der Vakuumdestillationsanlage (14) verbunden ist.

40

**Hiezu 1 Blatt Zeichnungen**

45

50

