

Patentmeldung
Des. Dr. habil. A. Dornow
Holzminen
Luisenstrasse 16

Holzminen, den 28.11.1944

BAG Tare t
3896 HANNOVER

Verfahren zur Abtrennung der Kohlenwasserstoffe
von ihren Begleitstoffen und Umsetzungsprodukten.

Es wurde festgestellt, daß Ameisensäure besonders nicht aromatische K.W.stoffe erheblich schwerer löst als ihre natürlichen Begleitstoffe, wie z.B. Naphthensäuren, Asphaltstoffe, Harzsäuren, schwefelhaltige Produkte, Phenole bzw. phenolartige Körper usw., sowie ihre Umsetzungsprodukte, wie Carbonsäuren, Nitrokörper, Sulfosäuren, Sulfochloride, halogenierte Kohlenwasserstoffe usw.

Diese Tatsache wird benutzt zur Abtrennung der Kohlenwasserstoffe von ihren Begleit- und Umsetzungsprodukten.

Die Ausführung geschieht in der Weise, daß man die Gemische mit Ameisensäure (bzw. diese im Gemisch mit Verdünnungs- oder anderen selektiven Lösungsmitteln, wie z.B. Phenole kontinuierlich oder diskontinuierlich bei den Lösungs- und Konsistenzverhältnissen angepaßten Temperaturen oder Drucken) behandelt, wobei zur Erhöhung der Selektivität die Reinigung am Extrakt wiederholt werden kann.

Raffinat und Extrakt können als wertvollere Produkte anderen Verwendungen zugeführt oder weiter aufgearbeitet werden.

Sinngemäß ist dieses Verfahren auch auf hochmolekulare Kohlenwasserstoffe wie Kohlen, bituminöse bzw. pechartige Stoffe zu übertragen.

Dieses Verfahren hat zum Unterschied von bekannten Methoden z.B. Abtrennung von Naphthensäuren, Carbonsäuren, Phenolen usw. mit Alkalien und Säuren u.a. den Vorteil, daß hierbei weder Alkalien noch Säuren verbraucht werden, und das Lösungsmittel zurückgewonnen wird. Außerdem neh-

3890 - HANNOVER

men die konzentrierten Lösungen der Alkalisalze der Naphthensäuren, Carbonsäuren und Phenole leicht große Mengen Neutralöl auf, was üblicher Weise dadurch vermieden wird, daß man mit stark verdünnten Lösungen d.h. mit großen Flüssigkeitsmengen arbeiten muß.

Im Gegensatz hierzu kann man nach dem beschriebenen Verfahren beim Arbeiten z.B. mit einem Perforator mit verhältnismäßig kleinen Mengen Lösungsmittel auskommen. Die Trennung der Schichten erfolgt hierbei schon bei normaler Temperatur und ohne Druckerhöhung.

Beispiele

1.) Ein im Mengenverhältnis unbekanntes, destilliertes Gemisch von Naphthensäuren und Neutralöl (V.Z.= 138) wurde kontinuierlich mit 98,5 %iger Ameisensäure im Perforator behandelt, bis keine Abnahme der Neutralölmenge mehr eintrat. Das fast farblose Raffinat war reines Neutralöl, während das Raffinat restlos die Naphthensäuren enthielt. Nach dem Destillieren der Naphthensäuren wurde eine Verseifungszahl von 198 gefunden, wie sie annähernd auch erhalten wurde, als man dasselbe Gemisch nach bekanntem Verfahren durch mehrmaliges Extrahieren des alkalisch gemachten Gemisches mit Petroläther und Äther vom Neutralöl befreite. Die mit Salzsäure aus den Salzen in Freiheit gesetzten Naphthensäuren wurden gleichfalls destilliert und zeigten eine Verseifungszahl von 200.

2.) 80 Gewichtsteile eines Gemisches Cetan und techn. Vorlaufsäuren (V.Z.=346) Mischverhältnis 7 : 3 wurden mehrmals mit je 50 ccm 100 %iger Ameisensäure ausgeschüttelt. Es verblieb das Cetan zurück, das nach Befreiung von den letzten Resten Ameisensäure durch Destillation eine Verseifungszahl V.Z.= 0 zeigte.

Die techn. Vorlaufsäuren selbst lösten sich restlos in Ameisensäure und enthielten kein Neutralöl.

3.) 79,2 Gewichtsteile eines Steinkohlendieselöles ($d_{20} = 0,958$; Asphaltgehalt: 3,20 %; Conradson-test: 3,18 %) wurden mit Ameisensäure kontinuierlich raffiniert. Es verblieb ein Neutralöl (45,5 Gewichtsteile) das nach dem Waschen mit Wasser und Trocknen eine Dichte von $d_{20} = 0,902$, einen Asphaltgehalt von 0,5 % und einen Conradson-test von 1,18% aufwies.

Die Verbesserung der Cetanzahl ist durch die wesentliche Dichte-Erniedrigung angezeigt. Sie soll auch noch durch die motorische Prüfung belegt werden.

4.) 88,5 Gewichtsteile eines Gemisches Steinkohlendieselöl mit Rohphenolöl (Verhältnis 7:3) wurden mit Ameisensäure in gleicher Weise behandelt. Das Raffinat (36 Gewichtsteile) hatte eine Dichte von 0,9045 bei 20° und einen Asphaltgehalt von 0,6 %, während das Ausgangsdieselöl eine Dichte von 0,958 bei 20° hatte.

Das Rohphenolöl wurde gleichfalls im Perforator extrahiert. Nach wenigen Stunden blieben aus 90 Gewichtsteilen nur etwa 0,5 Gewichtsteile Neutralöl ungelöst.

5.) 77,5 Gewichtsteile eines Braunkohlendieselöles (Dichte = 0,892; Asphaltgehalt = 0,05 %) wurden mit Ameisensäure (100 %ig) raffiniert und ergaben nach der Behandlung 64,5 Gewichtsteile eines Öles der Dichte $d_{20} = 0,870$ mit einem Asphaltgehalt von 0,00 %.

6.) 77,5 Gewichtsteile eines Gemisches Braunkohlendieselöl mit Rohkresot aus Gasöl (Mischverhältnis 7:3) wurden mit 100 %iger Ameisensäure kontinuierlich extrahiert bis die Säure fast farblos war. Die Kresote waren nach wenigen Stunden herausgelöst. Das Raffinat (42,4 Gewichtsteile) wurde mit Wasser gewaschen und getrocknet; es zeigte eine Dichte $d_{20} = 0,869$, gegenüber der Dichte des Ausgangsdieselöles $d_{20} = 0,892$.

Weitere Beispiele, wie Aufarbeitung von Teeröl, Ülschiefer usw. folgen.

Patentanspruch

Verfahren zur Abtrennung der Kohlenwasserstoffe von ihren Begleitstoffen und Umsetzungsprodukten dadurch gekennzeichnet, daß man diese mit Ameisensäure entweder allein oder im Gemisch mit Verdünnungs- oder anderen selektiven Lösungsmitteln raffiniert.

BAG Patent

Kurze Mitteilung für das Reichsinstitut für Erdölforschung der T.H. Hannover zum Patent: Dornow:

"Verfahren zur Abtrennung der Kohlenwasserstoffe von ihren Begleitstoffen und Umsetzungsprodukten."

Zum Beispiel 3) wurden noch die Cetanzahlen bestimmt: Das verwendete Steinkohlendieseloel der Firma Byk-Guldenwerk hatte eine Cetanzahl (20), das erhaltene raffinierte 30,5. Ausbeute 58%.

38 gms %

Beispiel 7) 100 Gewichtsteile einer aus Steinkohlenschwelter (der Fa. Byk-Guldenwerk) geschnittenen Fraktion von 200 - 320° ergaben bei der Raffination mit Ameisensäure 28,5 Gewichtsteile eines hellen Oeles der Dichte 0,878, Siedekennziffer 255 und Cetanzahl 39. Ausbeute 28,5 %.

8 Nov 19 BT
38 gms 200-320
10.84g Dieselöl

Dornow
22.7.45