

TITLE PAGE

7. Patent application on a process of dewaxing in two stages

Frame Nos. 254 - 258

24. 11. 43

Apenle Mineralöl-Raffinerie

000254

Preßburg

Ölengasse 3

Dt. Vg. wv 18. 10. 43.

Patentabt. wv/HS

23. November 1943.

Neuanmeldung No. 543.

Zu Ihrem Schreiben vom 18. Oktober d. J. verweisen wir zunächst auf das A. P. 2 194 968, das wir inzwischen noch aufgefunden haben. Wir standen zunächst unter dem Eindruck, dass die Angaben dieser Patentschrift dem Verfahren nach Ihrem Neuanmeldungsentwurf ausserordentlich nahekommen, sodass demgegenüber wohl kaum noch etwas Patentfähiges vorliegt.

Inzwischen hatten wir am 12. ds. Mts. eine Besprechung mit Herrn Dr. Zorn, bei der die Rede auch auf die bei Ihnen durchgeführten Arbeiten kam, die der Neuanmeldung 543 zu Grunde liegen. Herr Dr. Zorn erläuterte dabei, dass es bei Ihrem Verfahren darauf ankommt, dass zunächst mittels einer Filtervorrichtung bei tiefen Temperaturen das gesamte Hart- und Weichparaffin gemeinsam abgeschieden wird, und dass der Filterkuchen, ehe er weiter zerlegt wird, durch Waschen mit Lösungsmitteln praktisch von allen Ölbestandteilen befreit wird. Erst dann wird die Masse durch Erwärmen auf solche Temperaturen, bei denen zwar die Weichparaffinanteile unter Mitwirkung des noch in der Masse enthaltenen Lösungsmittels flüssig sind, das Hartparaffin aber noch fest ist, zerlegt, und zwar ist diese Stufe nicht auf die Anwendung von Zentrifugen beschränkt, vielmehr kann man auch hier mit Filtervorrichtungen arbeiten oder die Trennung durch Absitzenlassen bewirken. Wichtig ist also, dass das zunächst abgeschiedene Gemisch von Hart- und Weichparaffin praktisch ölfrei gewaschen wird, ehe es weiter zerlegt wird. Nur auf diese Weise erreicht man die von Ihnen angegebenen Vorteile, dass man nämlich einerseits ein Öl, das praktisch alle Öligen Bestandteile des Ausgangsgutes enthält und daher einen guten Viskositätsindex hat, und andererseits ein ölfreies Hartparaffin erhält, das für die verschiedensten Weiterverarbeitungen, insbesondere auch für die Oxydation zu Fettsäuren geeignet ist. Eine derartige Arbeitsweise ist aus der oben erwähnten amerikanischen Patentschrift 2 194 968 nicht zu entnehmen und erscheint uns daher noch patentfähig.

254a

Unter Berücksichtigung des Vorstehenden schlagen wir vor, die Anmeldung etwa laut Anlage abzufassen. Wir bitten Sie um baldgefällige Prüfung und Rückgabe des Entwurfs, sowie um Stellungnahme zu der Frage, ob die Anmeldung geheimgehalten werden muss. Entsprechend der früheren Vereinbarung werden wir die Anmeldung zunächst in Deutschland auf den Namen der I.O. einreichen.

Einen Durchschlag des Anmeldeentwurfs senden wir gleichzeitig an Herrn Dr. Zorn, damit auch dieser dazu Stellung nehmen kann.

Heil Hitler !

I.O. FARBENINDUSTRIE-AGTIENGESELLSCHAFT

002/10

11/20/41
K. H. H. H. H.

Verfahren 349

000255

Verfahren zur Entparaffinierung von Ölen.

Bei der Entparaffinierung von paraffinhaltigen Kohlenwasserstoffölen, z. B. von Braunkohlenteerölen und insbesondere von Schmierölfraktionen oder -rückständen, wie sie beispielsweise bei der Aufarbeitung von Erdölen oder von durch Druckhydrierung von Kohlen, Teeren, Mineralölen und dgl. gewonnenen Erzeugnissen erhalten werden, verfährt man vielfach so, dass man das Öl in einem geeigneten Lösungsmittel gelöst auf tiefe Temperaturen von z. B. -20° abkühlt. Hierbei scheidet sich das Paraffin in mehr oder minder gut kristallisierter Form aus und kann durch Absitzenlassen oder durch Filtereinrichtungen beliebiger Art oder Zentrifugen vom Öl abgetrennt werden. Wenn hierbei das Paraffin in ölhaltigen Zustand als sogenannter Paraffingatsch gewonnen wird, ist es für viele Zwecke, beispielsweise für die Oxydation zu Fettsäuren, wenig geeignet. Andererseits besitzen gerade die dem Paraffin anhaftenden Ölteile besonders gute Viskositätseigenschaften, sodass es erwünscht ist, sie in das entparaffinierte Öl zu bringen, um diesem einen möglichst guten Viskositätsindex zu verleihen. Daher ist eine möglichst scharfe Trennung zwischen den öligen Bestandteilen und dem Paraffin anzustreben. Diese ist jedoch bei der üblichen Entparaffinierung nicht ohne weiteres zu erreichen, da die wertvollsten Schmierölteile dem Paraffin fest anhaften. Sie werden daher meist zusammen mit dem Paraffin weiter verarbeitet, z. B. durch Krackung oder Hydrierung, und gehen daher für die Krzeugung hochwertigen Schmieröles verloren, sodass dessen Eigenschaften nicht so günstig sind, wie sie unter Berücksichtigung der Zusammensetzung des Ausgangsöles sein könnten.

255a

Eine weitere Schwierigkeit bei der Entparaffinierung ergibt sich dadurch, dass paraffinhaltige Öle das Paraffin in wechselnden Mengen enthalten, und dass diese Paraffine überdies nicht einheitlich sind. Aus den meisten paraffinhaltigen Ölen können bei einer bestimmten Entparaffinierungstemperatur vorwiegend leicht filtrierbare Hartparaffine abgeschieden werden, die durch geringes Nachwaschen mit Lösungsmitteln in ein praktisch ölfreies Kohparaffin übergeführt werden können. Bei weiterer Abkühlung der von Hartparaffinen befreiten Mischung von Öl und Lösungsmittel scheiden sich dann sogenannte Weichparaffine ab, die gewisse Ölmengen sehr fest gebunden enthalten und daher nur schwer von diesen befreit werden können. Hierbei ergibt sich eine Schwierigkeit auch dadurch, dass zwar das Hartparaffin von Öl in den üblichen Trennvorrichtungen, z. B. durch Absitzenlassen oder besser in Filtervorrichtungen beliebiger Art oder in Zentrifugen, abgetrennt werden kann, während das Weichparaffin die Filtervorrichtungen leicht verstopft und auch in Zentrifugen nur schlecht abgetrennt werden kann, da es in diesen keinen haltbaren Konus von Weichparaffin bildet, insbesondere wenn die im Öl enthaltene Menge Weichparaffin nur verhältnismässig gering ist.

Trotz dieser Schwierigkeiten hat man die Entparaffinierung von Ölen bisher meist in zwei Stufen vorgenommen, wobei in der ersten Stufe das Hartparaffin und in der zweiten Stufe das Weichparaffin zusammen mit den anhaftenden Ölmengen abgetrennt wurde. Man hat zwar auch schon vorgeschlagen, durch Abkühlen auf tiefe Temperaturen von vornherein ein Gemisch von Hart- und Weichparaffin und gewissem Ölbestandteilen aus dem Öl abzutrennen. Dieses Gemisch wurde dann durch Behandlung mit Lösungsmitteln in Hartparaffin einerseits und eine Mischung von

Weichparaffin und Ölbestandteilen andererseits zerlegt. Diese Mischung ist jedoch technisch kaum zu verwenden und wurde daher dem zu entparaffinierenden Öl wieder zugesetzt, sodass also das Weichparaffin und die diesem anhaftenden wertvollen Ölbestandteile in das zu entparaffinierende Öl zurückgingen.

Es wurde nun gefunden, dass man die Entparaffinierung von Ölen in einfacher Weise ohne die genannten Schwierigkeiten wie folgt durchföhren kann. Die Mischung von Öl und Lösungsmittel wird auf so tiefe Temperaturen geköhlt, dass sich das gesamte Hart- und Weichparaffin ausscheidet und in beliebiger Weise, z.B. durch Absetzenlassen oder Zentrifugieren, besonders gut aber durch Filtervorrichtungen, abgetrennt werden kann. Zu diesem Zweck sind beliebige Filtervorrichtungen brauchbar, da die Leistung der Filter durch das mit dem Hartparaffin ausgeschiedene Weichparaffin nur unwesentlich beeinflusst wird. Man kann also beispielsweise mit den üblichen Filterpressen oder auch mit Filtervorrichtungen, bei denen die Filterfläche z.B. aus feinsiebigen Drahtsieben oder dgl. besteht, oder mit Tauchwaschfiltern oder Bandzellenfiltern arbeiten. Auf dem Filter sammelt sich das Gemisch von Hart- und Weichparaffin mit gewissen Ölmengen und wird nun durch Waschen mit Lösungsmittel von dem Öl befreit. Die ausgewaschenen öligen Anteile können dem entparaffinierten Öl zugeführt werden, sodass dieses einen möglichst guten Viskositätsindex erhält. Auf dem Filter verbleibt ein praktisch ölfreies Gemisch von Hart- und Weichparaffin, dem, wie festgestellt wurde, grosse Mengen des Lösungsmittels, beispielsweise bis zum 10 fachen der Paraffinmenge, anhaften. Erfindungsgemäss wird dieses Gemisch, erforderlichenfalls unter Zusatz von weiteren Mengen Lösungsmittel, mäßig erwärmt, z.B. auf Temperaturen zwischen 0 und -5° , wobei das Weichparaffin und etwa noch vorhandene geringe Ölreste in das

256a

- 4 -

Lösungsmittel wieder gelöst werden, während das Hartparaffin ungelöst bleibt. Die Masse wird nun in beliebiger Weise, z. B. durch Ablassen oder Filtrieren zerlegt. Besonders vorteilhaft ist hier die Anwendung von Entparaffinierungscentrifugen, die in dieser Stufe infolge der Bildung eines Konus aus Hartparaffin völlig betriebssicher arbeiten. Je nach der in dieser Verfahrensstufe angewandten Temperatur kann man den Gehalt des Hartparaffins an Weichparaffin beliebig einstellen und hat es damit in der Hand, ein Hartparaffin von beliebigem Reinheitsgrad und Schmelzpunkt zu erzeugen. In der Regel ist in dieser Stufe die Zugabe von weiteren Lösungsmittelmengen nicht notwendig, sodass für deren Kühlung keine Zufuhr von Kälte notwendig ist und auch der Energieverbrauch bei der nachfolgenden Wiedergewinnung des Lösungsmittels entsprechend dessen geringer Menge nur klein ist.

Das Verfahren kann mit beliebigen für die Entparaffinierung von Ölen brauchbaren Lösungsmitteln oder Lösungsmittelgemischen durchgeführt werden. Dabei ist jedoch zu beachten, dass das Lösungsmittel die Abscheidung des Hart- und Weichparaffins in der ersten Stufe nicht ungünstig beeinflussen darf, sondern nach Möglichkeit zu einer guten Ausbildung der Paraffinkristalle beitragen soll. Man muss darauf achten, dass bei der Anwendung von Filtervorrichtungen möglichst hohe Filterleistungen erzielt werden oder bei Anwendung von Zentrifugen die Ausbildung eines genügend bestandigen Konus von Paraffin nicht verhindert wird. Da in der ersten Verfahrensstufe auf tiefe Temperaturen gekühlt wird, ist ausserdem darauf zu achten, dass das Lösungsmittel sich bei diesen Temperaturen nicht in verschiedene Phasen trennt, wie es bei manchen Lösungsmittelgemischen, z. B. Benzol-Acetongemischen, leicht der Fall ist. Auch muss die Lösung des Öles in dem Lösungsmittel oder Lösungsmittelgemisch bei diesen Temperaturen homogen bleiben. Wenn man in der ersten oder in der zweiten Stufe oder auch in beiden

... mit Kohlenstoff arbeitet, wobei verschiedene ...
 ... als ein ...
 ... als solche kommen vor allem ...
 ... Stoffe: z.B. Diamant, ...
 ... zur Bildung von ...
 ... dieser ...
 ... zusammen mit ...
 ... Halogenkohlenwasserstoffe, ...
 ... oder ...
 ... bleibt auch bei ...

Wie ...
 ...
 ...
 ...

Verfahrensweise:

1. Verfahren zur ...
 Kohlenwasserstoffen, ...
 ...
 ...
 ...
 ...
 ...
 ...
 ...
 ...
 ...

2. Verfahren ...
 ...
 ...
 ...

258

mit Zentrifugen gearbeitet wird.

3. Verfahren nach Anspruch 1 und 2, dadurch gekennzeichnet,
dass man ein Lösungsmittel von hohem spezifischem Gewicht, vor-
zugsweise ein Gemisch von Dichlormethan mit Dichloräthylen oder
Äthylidenchlorid, verwendet.

I.G. FARBERINDUSTRIEN AKTIEGESELLSCHAFT