

Patent applications.

Separation of Paraffin
from Oils

Bag 3041 - 36

Target 30/4.02

- 1. April 1942

360001016

Marsburg

I. G. FARBENINDUSTRIE AKTIENGESELLSCHAFT

Unser Zeichen: O.Z.13344

We/Hö

Ludwigshafen a. Rh., den 27. März 1942.

*Dir. H. Schumacher
H. Schubert } Kopie 1/4*

Verfahren zur Gewinnung von Paraffin.

Es ist bekannt, bei der Entparaffinierung von paraffinhaltigen Oelen durch Zugabe von Lösungsmitteln, z.B. Propan, und Abkühlung, vor allem bei der Entparaffinierung von Destillatölen oder hochraffinierten Erzeugnissen der Druckhydrierung, den zu entparaffinierenden Oelen sogenannte "Filterhilfen" zuzusetzen, durch die der Oelgehalt des gewinnbaren Paraffins wesentlich erniedrigt und damit auch die Ausbeute an entparaffiniertem Oel verbessert wird. Als Filterhilfe können verschiedene hochmolekulare Stoffe, wie Destillationsrückstände, hochmolekulare Kondensationserzeugnisse aus chloriertem Paraffin und aromatischen Kohlenwasserstoffen oder ölige Rückstände aus der Raffination von Oelen mit Aluminiumchlorid, Verwendung finden. Diese Zusatzstoffe werden bei der Entparaffinierung mit Propan zusammen mit dem Paraffin ausgefällt. Werden an das Paraffin besonders hohe Reinheitsforderungen gestellt, beispielsweise wenn man es für die Fettsäureherstellung verwenden will, so muss es durch Destillation oder Ausschwitzen wieder von der Filterhilfe befreit werden. Eine solche Behandlung kann auch dann notwendig werden, wenn als Filterhilfe ein verhältnismässig teurer Stoff verwendet wird, der wiedergewonnen werden muss, weil es zu kostspielig wäre, dauernd neue Mengen davon den zu entparaffinierenden Oelen zuzusetzen.

Es wurde nun gefunden, dass man Oele auch ohne Zusatz von Filterhilfen gut entparaffinieren und damit die Paraffindestillation oder das Ausschwitzen ersparen kann, wenn man in dem zu entparaffinierenden Oel durch vorsichtige Alterung Polymerisate erzeugt, ohne dass der Asphaltgehalt merklich zunimmt oder Ausscheidungen entstehen. Im allgemeinen soll durch Fällung mit Normalbenzin oder Propan keine Zunahme des Asphaltgehalts feststellbar sein. Anscheinend wirken diese Polymerisate als Filterhilfe. Man gewinnt auf diese Weise ein Paraffin, das einen ebenso niedrigen Oelgehalt aufweist wie das durch Zugabe der sonst üblichen Filterhilfen erhaltene. Das Paraffin braucht weder zur Gewinnung der Filterhilfen destilliert oder ausgeschwitzt zu werden, noch müssen die durch die Polymerisate verursachten geringen Verunreinigungen beseitigt werden. Vielmehr wird ohne weiteres ein Paraffin erhalten, das den meisten Anforderungen genügt.

Die Bildung der Polymerisate beruht anscheinend auf der Anwesenheit gewisser Mengen ungesättigter Verbindungen und/oder phenolischer Körper in den zu entparaffinierenden Oelen, z.B. Rohölen, Erdöldestillaten oder vorhydrierten Oelfraktionen. Diese werden bei der Alterung, z.B. beim Lagern der Oele bei erhöhter Temperatur, vorzugsweise etwa 80 bis 120°, oder beim Durchleiten von Luft oder Sauerstoff, ferner bei der Bestrahlung mit der Ultraviolett-Lampe, ja auch schon unter der Einwirkung von Tageslicht in hochpolymere Stoffe umgewandelt, was sich schon rein äusserlich, je nach der Dauer der Alterung, durch Verfärbung oder durch Harz- oder Asphaltabscheidung bemerkbar macht. Erfindungsgemäss wird nun durch vorsichtige Anwendung eines der geschilderten Alterungsverfahren die Polymerisatbildung gerade so weit gefördert, dass die entstandenen Polymerisate noch in dem Oel gelöst bleiben, und dass daher bei der nachfolgenden ./.

Entparaffinierung ein durch Polymerisate möglichst wenig verunreinigtes, aber auch möglichst ölfreies Paraffin erhalten wird.

An Hand der folgenden Vergleichsbeispiele sei das Verfahren näher erläutert:

Ein aus der Druckhydrierung von Braunkohlenteer stammendes Oel wurde destilliert und eine zwischen 345 und 450° siedende Fraktion sofort anschliessend der Entparaffinierung mittels Propan bei -40° unterworfen. Das erhaltene Gemisch von Paraffin mit Oel und Propan wurde filtriert, der Paraffingatsch nochmals in Propan aufgeschwemmt und dann bei -40° abfiltriert. Das auf diese Weise erhaltene, sorgfältig gewaschene Paraffin zeigte nach Abtreiben des Propans den Schmelzpunkt 48° und enthielt immer noch 15 % Oel. Es war für die Fettsäureherstellung unbrauchbar.

Die gleiche paraffinhaltige Oelfraktion wurde mit 0,3 % eines Kondensationsproduktes von chloriertem Paraffin und Naphthalin als Filterhilfe versetzt und das Oel vom Paraffin durch zweimalige Behandlung mit Propan in der obenerwähnten Weise getrennt. Das so erhaltene Paraffin hatte den Schmelzpunkt 49,5° und enthielt 4,7 % Oel. Vor seiner Weiterverarbeitung auf Fettsäuren musste das Paraffin zur Wiedergewinnung der Filterhilfe, die mit dem Paraffin ausgefällt wurde, nochmals destilliert werden, wobei die Filterhilfe im Destillationsrückstand blieb.

Wurde jedoch die genannte Fraktion vor der Entparaffinierung vorsichtig gealtert, indem sie in einem mit Dampf beheizten Behälter einige Wochen unter Luftausschluss gelagert wurde, so ergab die gleiche zweimalige Propanbehandlung ein Paraffin vom Schmelzpunkt 49,4° mit 4,2 % Oel. Das Paraffin konnte ohne Destillation sofort für die Fettsäureherstellung

verwendet werden.

Patentanspruch.

Verfahren zur Gewinnung von Paraffin aus diesen
enthaltenden Ölen durch Zugabe von Lösungsmitteln und Ab-
kühlung, dadurch gekennzeichnet, dass man in den zu entpa-
raffinierenden Ölen durch vorsichtige Alterung Polymerisate
erzeugt, ohne dass der Asphaltgehalt merklich zunimmt oder
Ausscheidungen entstehen.

I.G.FARBENINDUSTRIE AKTIENGESELLSCHAFT