

*Mit Besf. No. 2094 eingegangen
20/4.44**We**de*

I.G. FARBENINDUSTRIE AKTIENGESELLSCHAFT

*Fr. Dr. Geisler } Physik
" Bronn }
" Berndt } 20/4.44*

Unser Zeichen: O.Z. 14705. " We/Hö

Ludwigshafen a. Rh., 6. April 1944.

Verfahren zum Entparaffinieren von Ölen.

Zusatz zum Patent (Anmeldung I 76 558 IVd/23b)

Im Patent..... (Anmeldung I 76 558 IVd/23b) ist gezeigt, dass man paraffinhaltige Kohlenwasserstofföle in vorteilhafter Weise durch Abkühlen in Gegenwart von Lösungsmitteln entparaffinieren kann, wenn man als Lösungsmittel Tetrahydrofuran zusammen mit solchen Lösungsmitteln verwendet, die eine gute Ausbildung der Paraffinkristalle bewirken, aber ein geringes Auswaschvermögen besitzen. Als solche Stoffe kommen beispielsweise Aceton, Acetonitril, Methanol, Isobutylalkohol, Methylacetat oder Dichloräthan in Frage. Auch Furfurol, Phenol, Kresol, Anilin, Nitrobenzol, β . β '-Dichlordiäthyläther oder andere in der Mineralölindustrie üblicherweise zur Zerlegung von Kohlenwasserstoffölen in eine im wesentlichen aus paraffinischen Kohlenwasserstoffen bestehende Raffinatphase und eine hauptsächlich aus aromatischen und naphthenischen Anteilen bestehende Extraktphase dienenden Lösungsmittel oder Gemische aller dieser Stoffe sind für den genannten Zweck brauchbar.

Es wurde nun gefunden, dass es besonders vorteilhaft ist, wenn man die paraffinhaltigen Kohlenwasserstofföle zunächst mit selektiven Lösungsmitteln extrahiert und dann die Raffinatphase, die noch gewisse Mengen des selektiven Lösungsmittels enthält, ohne sie von diesen zu befreien, nach Zusatz von Tetrahydrofuran und gegebenenfalls von weiteren Mengen des selektiven Lösungsmittels und bezw. oder von weiteren Lösungsmitteln unmittelbar der Entparaffinierung in der im Hauptpatent geschilderten Weise unterwirft. Diese Arbeitsweise hat den Vorteil, dass nach der selektiven Extraktion die Raffinatphase nicht erst von dem selektiven Lösungsmittel befreit zu werden braucht, ehe man sie der Entparaffinierung zuführt. Es wird also erheblich an Wärme für die Austreibung der Lösungsmittel gespart.

Beispiel 1.

6 kg eines durch Raffination eines Schmieröles mit Furfurol gewonnenen Raffinats, das noch 16,6 % Furfurol enthält, werden in 24 kg eines Gemisches aus 75 % Tetrahydrofuran, 20 % Methanol und 5 % Furfurol bei 60° gelöst. Die homogene Lösung, die insgesamt 5 kg Schmieröl, 18 kg Tetrahydrofuran, 4,8 kg Methanol und 2,2 kg Furfurol enthält, wird im Verlauf von 2 Stunden auf -20° gekühlt. Das dabei auskristallisierte Paraffin wird bei der genannten Temperatur auf einem mit Filtertuch bespannten, 0,85 m² grossen Saugfilter bei einem absoluten Druck von 200 mm Hg auf der Saugseite filtriert. Die Filtrationszeit beträgt 31 Sek. Anschliessend wäscht man den Paraffinkuchen mit weiteren 24 kg des Gemisches aus 75 % Tetrahydrofuran, 20 % Methanol und 5 % Furfurol, wobei die Filtrationszeit 61 Sek. beträgt. Durch Abdestillieren des Lösungsmittels vom gewaschenen Paraffin erhält man etwa 0,5 kg 90 %iges Paraffin mit dem Erstarrungspunkt 58°. Aus dem ersten Filtrat gewinnt man etwa 4,5 kg Schmieröl mit dem Stockpunkt -20°.

Arbeitet man in der gleichen Weise mit 24 kg eines Gemisches aus 18,75 kg Tetrahydrofuran und 5,25 kg Furfurol und wäscht den Paraffinkuchen mit 24 kg eines Gemisches aus 75 % Tetrahydrofuran und 25 % Furfurol, so beträgt die Filtrationszeit in der ersten Stufe 25 Sek., beim Waschen des Paraffinkuchens 50 Sek. Man gewinnt etwa 0,5 kg etwa 90 %iges Paraffin mit dem Erstarrungspunkt 57,8° und etwa 4,5 kg Schmieröl mit dem Stockpunkt -20°.

Beispiel 2.

Man vermischt 5,8 kg eines mittels Phenol gewonnenen Schmierölraffinats, das noch 13,8 % Phenol enthält, bei 60° mit 24,2 kg eines Gemisches aus 16,5 kg Tetrahydrofuran, 6 kg Methanol und 1,7 kg Phenol und kühlt die homogene Lösung, die insgesamt aus 5 kg Schmieröl, 16,5 kg Tetrahydrofuran, 2,5 kg Phenol und 6 kg Methanol besteht, im Verlauf von 2 Stunden gleichmässig auf -20°. Die Masse wird in der in Beispiel 1 angegebenen Weise filtriert und der Paraffinkuchen durch Hindurchsaugen von weiteren 24 kg eines Gemisches aus 65 % Tetrahydrofuran, 25 % Methanol und 10 % Phenol ölfrei ge-

waschen. Das Abfiltrieren des Paraffins dauert 20 Sek., das Waschen 60 Sek. Durch Abdestillieren des Lösungsmittels gewinnt man etwa 4,5 kg Schmieröl mit dem Stockpunkt -20° und 0,5 kg etwa 86 %iges Paraffin mit dem Erstarrungspunkt 58° .

Patentanspruch.

Weiterbildung des Verfahrens nach Patent(Anmeldung I 76 558 IVd/23b), dadurch gekennzeichnet, dass man die Öle zunächst einer Extraktion mit einem selektiven Lösungsmittel unterwirft und die Raffinatphase, ohne sie von dem Lösungsmittel zu befreien, nach Zusatz von Tetrahydrofuran und gegebenenfalls weiteren Mengen des selektiven Lösungsmittels und bezw. oder anderen Lösungsmitteln der Entparaffinierung unterwirft.

I.G. FARBENINDUSTRIE AKTIENGESELLSCHAFT *he*