

Mersburg

I. G. FARBENINDUSTRIE AKTIENGESELLSCHAFT

Unser Zeichen: O.Z. 14 296

Ludwigshafen/Rh., den 8. Juli 1943 Z/HI.

Dr. Wallfirth }
Kuhlhaas } Kopie 14/7Verfahren zur Herstellung von wie Bleicherden
wirksamen Massen.

Es wurde gefunden, dass man Massen erhält, die wie Bleicherden wirken und sich insbesondere für die Veredlung von Ölen vorzüglich eignen, wenn man Kieselsäure und Tonerde enthaltende Stoffe, insbesondere wasserunlösliche natürliche oder künstliche Silikate, mit Säuren aufschliesst, die entstandene Lösung mit Ammoniak oder anderen basischen Mitteln neutralisiert, den dabei entstandenen Niederschlag abtrennt, gegebenenfalls auswäscht und ihn in Gegenwart von Wasser oder wässrigen Lösungen einer Erhitzung unter Druck, vorteilhaft auf Temperaturen zwischen 250 und 350°, vorzugsweise 280 und 320°, unterwirft. Als Ausgangsstoffe kommen beispielsweise natürliche Tonerdesilikate oder künstliche Silikate wie Hochofenschlacke oder Generatorschlacke oder Mischungen der genannten Stoffe in Betracht. Das Verhältnis zwischen Kieselsäure und Tonerde im Ausgangsstoff kann in weiten Grenzen schwanken; es kann zum Beispiel etwa 1:1, aber auch etwa 8:1 betragen. Im allgemeinen empfiehlt es sich, ein Verhältnis $\text{SiO}_2 : \text{Al}_2\text{O}_3$ wie etwa 2:1 bis 6:1 zu wählen.

Zum Aufschluss ist vor allem Salpetersäure gut geeignet. Die nach dem Neutralisieren und Abtrennen des Niederschlags erhaltene Salzlösung kann beispielsweise auf Düngemittel verarbeitet werden. Die der Druckerhitzung unterworfenen Massen können anschliessend durch Behandeln mit konzentrierten oder verdünnten Säuren oder Säuregemischen, gegebenenfalls in der Wärme, noch verbessert werden. Hierfür kommen z.B. Salz-, Salpeter-, Schwefel- oder Schwefligsäure in Frage.

Die Eigenschaften der nach diesem Verfahren erhältlichen Erzeugnisse sind je nach der Zusammensetzung der Reaktionsteilnehmer und den angewandten Arbeitsbedingungen verschieden. Dies gilt z.B. für das Klärvermögen, die Entfärbungskraft und die Fähigkeit, saure Bestandteile, Harz-, Teer- oder Asphaltbildner in den Ölen

347/ zu binden.

Zu besonders wirksamen Massen gelangt man, wenn man die Druck-erhitzung in Gegenwart von Alkali- oder Erdalkalimetall- oder Magnesiumoxyd bzw. -hydroxyd durchführt. Bei einem Zusatz von bis zu etwa 0,7 Mol, vorteilhaft nicht mehr als 0,1 Mol Na_2O oder bis zu 2 Mol, vorteilhaft nicht mehr als 1 Mol MgO je Mol Al_2O_3 im Niederschlag eignen sich die Massen, insbesondere wenn sie noch einer nachträglichen Säurebehandlung unterworfen worden sind, hervorragend zum Bleichen von Ölen sowie zur Regeneration von gebrauchten Ölen, z.B. Eismaschinen-, Turbinen-, Kompressoren- und Heissdampfzylinder-ölen.

Beispiel.

10 kg Hochofenschlacke (I) oder Gießerei-Roheisenschlacke (II) oder eine Mischung (III) von 5,52 kg Abstichgeneratorschlacke und 4,48 kg Elektroofenschlacke wurden mit verschiedenen, aus der folgenden Zusammenstellung zu ersehenden Mengen zweier Salpetersäuren von verschiedener Stärke bei 100° aufgeschlossen.

Schlacke	Zusammensetzung in %					Liter Salpetersäure	
	SiO_2	Al_2O_3	Fe_2O_3	CaO	MgO	100g HNO_3 /Liter	400g HNO_3 /Liter
I	33,5	14,3	1,2	41,1	4,1	162	40,5
II	30,8	14,7	0,8	46,7	5,9	181	45,25
III	41,1	15,4	3,4	34,3	1,5	150	37,5

Die dabei erhaltene Flüssigkeit wurde mit Ammoniakgas neutralisiert; ~~der entstandene braune Niederschlag abfiltriert, ausgewaschen, mit 40 g~~ Natriumhydroxyd oder 600 g Magnesiumoxyd unter Zugabe von Wasser verrührt und mehrere Stunden lang in einem Autoklaven auf 300° erhitzt. Die so erhaltenen, von der wässrigen Flüssigkeit getrennten Massen wurden mit konzentrierter Salzsäure einige Zeit lang auf 80° erwärmt, dann ausgewaschen und getrocknet.

Die Wirksamkeit der so gewonnenen Erzeugnisse geht aus folgendem hervor:

100 Gewichtsteile Schmieröl wurden mit jeweils 5 Gewichtsteilen der Erzeugnisse bei 80° 30 Minuten lang gerührt. Die Säurezahl des Öls lag in allen Fällen unter dem zu fordernden Höchstwert von 0,1.

Die Aufhellung des Öles wurde im Kolorimeter festgestellt, und zwar gaben 20 mm Ölsäule des gleichen, aber mit einer gut wirksamen handelsüblichen Bleicherde behandelten Öles die gleiche Helligkeit wie 26 mm bzw. 21 mm des Öles, das mit den unter Natriumhydroxyd- bzw. Magnesiumoxyd-Zusatz hergestellten Massen behandelt war.

Weiterhin wurde gebrauchtes Turbinenöl nach dem Bensmann-Verfahren mit der aus der Mischung III unter Magnesiumoxyd-Zusatz hergestellten Masse (M) und zum Vergleich das gleiche Öl mit handelsüblichen Bleicherden (A und B) regeneriert. Die Unterschiede in den Eigenschaften des gebrauchten, des frischen und des mit diesen drei verschiedenen Mitteln behandelten Turbinenöls und die Überlegenheit der nach dem vorliegenden Verfahren erhaltenen Masse zeigt die folgende Zusammenstellung:

	Gebrauchtes Turbinen- öl	Frisches Turbinen- öl	A	B	Regeneriert mit M
Neutralisationszahl	1,08	0,06	0,22	0,22	0,015
Hartasphalt	0,5	0,20	0,02	0,02	0,006
Weichasphalt	0,6	0,20	0,07	0,07	0,008
Verseifungszahl	4,2	0,28	0,84	0,56	0,28
Teerzahl	1,5	0,10	-	-	0,06
Säureteer	8,0	0,5	0,8	0,8	0,00

Patentansprüche.

1) Verfahren zur Herstellung von wie Bleicherden wirksamen Massen, dadurch gekennzeichnet, dass man Kieselsäure und Tonerde enthaltende Stoffe, insbesondere wasserunlösliche natürliche oder künstliche Silikate, mit Säure aufschliesst, die Lösung neutralisiert und den dabei erhaltenen Niederschlag in Gegenwart von Wasser oder wässrigen Lösungen einer Erhitzung unter Druck unterwirft, an die sich eine Nachbehandlung mit Säuren anschliessen kann.

2) Verfahren nach Anspruch 1, dadurch gekennzeichnet, dass die Druckerhitzung bei Temperaturen zwischen 250 und 350°, vorzugsweise zwischen 280 und 320°, durchgeführt wird.

3) Verfahren nach Ansprüchen 1 und 2, dadurch gekennzeichnet, dass die Druckerhitzung in Gegenwart von Alkali- oder Erdalkalimetall- oder Magnesiumoxyd bzw. -hydroxyd, vorzugsweise von bis zu etwa 0,1 Mol Na_2O oder bis zu etwa 1 Mol MgO je Mol Al_2O_3 im Niederschlag, ausgeführt wird.

I.G. FARBENINDUSTRIE AKTIENGESELLSCHAFT