



RHENANIA-OSSAG

Mineralölwerke Aktiengesellschaft

ZEA-Bericht Nr. 7/41
Laboratorium ZEA - Wbr.

Autor: Dr. Hofmann

Titel: Zur Regenerierung von
Bleicherde

Datum 1. Juli 1941

3996-30/301 et al

800

62

Z E A - Bericht Nr. 7/41.

Zur Regeneration von Bleichherden.
Ermittlung der wirksamsten Lösungsmittelgemische
für die Entfernung der Harze.

Dr. Ho./Kr.

ZEA-Wbr., d. 3. Juli 1941

I n h a l t .

Es wird gezeigt:

- 1.) Die Extrahierbarkeit der Harze mit n-Benzin aus der gedämpften Erde tritt ein, weil das Wasser die Harze von der Erde "verdrängt", die dadurch vom Benzin gelöst werden können. Chemische Umsetzungen der Harze, etwa unter Einwirkung von Wasser und Kalk, erfolgen nicht. Die Extrahierbarkeit der Harze richtet sich nach dem Wassergehalt und nach der Art, wie das Wasser in die Erde gelangt.
- 2.) Eine Reihe Lösungsmittel wird auf ihre Löslichkeit gegenüber Harzen und ihre "Verdrängerwirkung" auf adsorbierte Harze untersucht. Zwischen dem Lösungsvermögen und der Verdrängerwirkung besteht ein Zusammenhang insofern, als gute Lösungsmittel keine Verdrängerwirkung besitzen und umgekehrt.
- 3.) Auf Grund der Ergebnisse werden Lösungsmittelgemische vorgeschlagen, die besser als das Gemisch Benzin/Äthylalkohol für die Extraktion der Harze geeignet sind.
- 4.) Die Ergebnisse gelten für alle zur Zeit in unseren Werken zur Verarbeitung gelangenden Erden.
- 5.) Für die Inbetriebnahme der Regenerierung wird vorerst das Gemisch Methylalkohol/Benzin als Extraktionsmittel der Harze vorgeschlagen.

-. - . - . - . -

G l i e d e r u n g .

	<u>Seite</u>
Einleitung	1
1.) Extraktionsfähigkeit der Harze aus der gedämpften Erde	1
2.) Einfluss des Wassergehaltes	3
3.) Prüfung des Lösungsvermögens und der "Verdrängerwirkung" einer Reihe von Lösungsmitteln	5
4.) Löslichkeit der Harze in den Lösungsmitteln	5
5.) "Verdrängungsfähigkeit" der Lösungsmittel	6
6.) Wahl des Lösungsmittelgemisches für die Extraktion der Harze	7
7.) Bedeutung der Versuchsergebnisse für die Arbeitsweise bei der Extraktion und Regenerierung der Erden	9

---.---.---

**Zur Regeneration von Bleicherden.
Ermittlung der wirksamsten Lösungsmittelgemische
für die Entfernung der Harze.**

Einleitung.

Bei der Entlüftung der Filterkuchen in den zur Zeit in Betrieb befindlichen Extraktionsanlagen der Werke Monheim und Harburg wird nach beendeter Extraktion eine grössere Menge Wasser - 1000 bis 1200 lt - in den Extrakteur gegeben. Dieses Wasser soll mit dem gleichzeitig eingeleiteten direkten Dampf die Erde völlig vom Benzin befreien und beim Austragen eine starke Staubentwicklung verhindern. In Monheim wurde bei Inbetriebnahme der Anlage die Beobachtung gemacht, dass bei einer n-Benzinextraktion dieser gedämpften Erde Harze in wesentlichen Mengen in Lösung gehen und man auf diese Weise keinen Anhaltspunkt über den wirklichen Ölgehalt der Erde erhält. Um den Ölgehalt der extrahierten Erde zu bestimmen, war es daher nötig, vor der Wasserrugabe eine Probe aus dem Extrakteur zu entnehmen. Die nachstehend beschriebenen Arbeiten hatten ursprünglich das Ziel, Klarheit über die chemischen bzw. physikalischen Vorgänge zu erhalten, die eine Extraktionsfähigkeit der Harze mit Benzin nach dem Dämpfen bewirken. Das Thema wurde dann jedoch auf eine Prüfung der gesamten Vorgänge bei der Extraktion der Harze erweitert.

Extraktionsfähigkeit der Harze aus der gedämpften Erde.

Zur Klärung der Extraktionsfähigkeit der Harze aus der gedämpften Erde mit Benzin wurden folgende Vorgänge zur Diskussion gestellt:

- a) Das Wasser bewirkt durch hydrolytische Spaltung, dass die Harze "benzinlöslich" werden.
- b) Das Wasser ermöglicht die Bildung von Kalziumsalzen durch Umsatz von Kalk mit vorhandenen Sulfokuren. Diese Kalziumseifen werden durch Benzin von der Erde gelöst.
- c) Das Wasser schwächt die Adsorptionskraft der Bleicherde. Die feuchte Erde ist nicht mehr imstande, die Harze bei einer Behandlung mit Benzin zu adsorbieren. Die Harze gehen dann aus der feuchten Erde ohne chemische Veränderung in Benzin in Lösung.

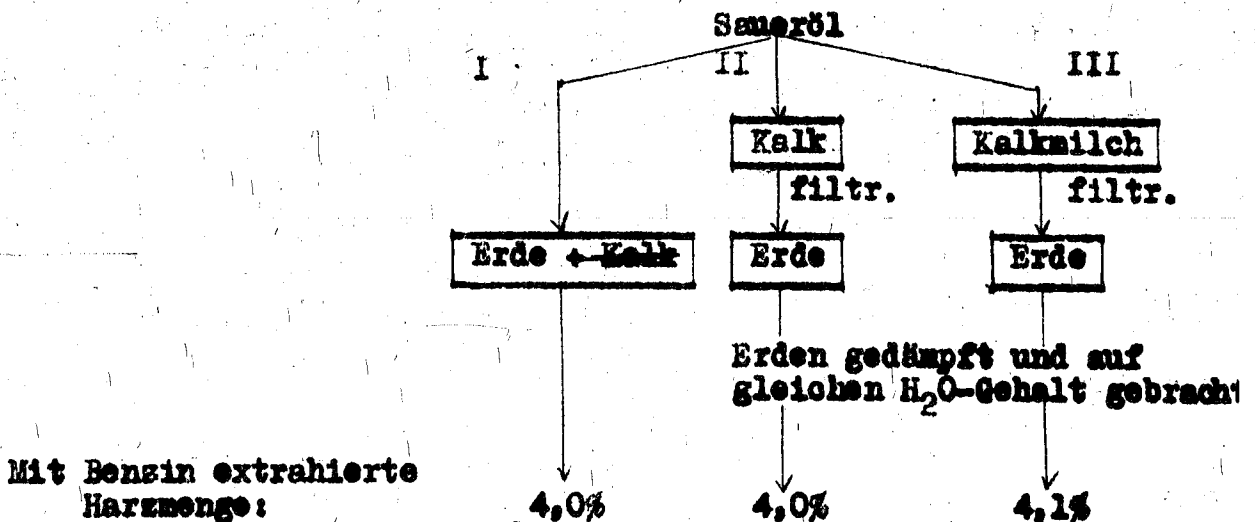
Alle drei Theorien wurden experimentell untersucht, und wir kamen zu folgenden Ergebnissen:

Zu a): Wenn Wasser bzw. Dampf in der Lage ist, die Harze zu spalten, so müsste auch eine Behandlung mit Wasser oder Dampf die mit Alkohol/Benzin aus der Erde extrahierten Harze verändern. Eine derartige Veränderung konnte nicht beobachtet werden. Wollte man diese Theorie aufrechterhalten, so müsste also schon eine katalytische Einwirkung der Erde angenommen werden.

Zu b): Der Einfluss von Kalk schien wahrscheinlich, weil die extrahierten Harze einen Aschegehalt aufwiesen. Es bestand jedoch Verdacht, dass die Asche von Spuren Kalk herrührte, der ja sehr schwer filtrierbar ist. Um völlige Klarheit zu erhalten, wurden folgende Versuchsreihen ausgeführt:

Das gleiche Saueröl wurde je einmal mit Erde (Versuch I), mit Kalk (Versuch II) und mit Kalkmilch (Versuch III) behandelt und filtriert. Auf sorgfältige Filtration der Versuche II und III wurde besonders geachtet. Das filtrierte Öl der Versuche II und III wurde dann geerdet und abermals filtriert. Nach der Entölung wurden die drei Filterkuchen in Übertragung der Arbeitsweise in den Extraktionsanlagen mit Wasser und direktem Dampf völlig gleichmäßig behandelt. Eine Benzinextraktion der feuchten Erde ergab für alle drei Proben eine gleiche Menge an extrahierbaren Harzen. Da der Versuch I ohne jeden Kalkzusatz das gleiche Resultat wie Versuch II und III gibt, ist also Kalk und auch Kalkmilch ohne Einfluss auf die Extrahierbarkeit der Harze.

Tabelle I



Zu a): Aus der chromatographischen Adsorptionsanalyse ist bekannt, dass ein Lösungsmittel, in dem der adsorbierte Stoff unter Umständen völlig unlöslich ist, sich als "Verdränger" eignet, d.h. es bricht die Adsorptionskraft der Erde zu den adsorbierten Substanzen, so dass diese dann von einem gleichzeitig vorhandenen Lösungsmittel gelöst werden können. Wenn diese Erscheinung der Grund für die Extraktionsfähigkeit des Harzes in Benzol ist, so darf aus einer getrockneten Erde mit Benzol kein Harz in Lösung gehen. Um eine Veränderung der Harze unbedingt zu vermeiden, wurde die gedämpfte Erde vorsichtig im Vacuum mit Phosphorperoxyd bei 80° vom Wasser befreit. Eine Benzolextraktion ergab keinerlei Harz - schwarzbrauner Extrakt - , sondern als Extrakt wurde eine dem Ölgehalt der Erde entsprechende Ölmenge - hellgelber Extrakt - erhalten. Diese Ergebnisse konnten an allen Erden aus der Trocken- und Nassraffination unserer Ölqualitäten bestätigt werden. Damit war die Grundlage für die im ZEA-Bericht Nr. 4/41 beschriebene Analysen-Methode gegeben und zugleich die Richtigkeit unserer Anschauung über den Einfluss des Wassers sehr wahrscheinlich geworden.

Einfluss des Wassergehaltes.

Da die "Verdrängereigenschaft" des Wassers zweifellos mit der Menge des in der Erde enthaltenen Wassers im Zusammenhang stehen muss, wurde die Extraktionsfähigkeit der Harze mit Benzol aus Erden mit verschiedenen Wassergehalten untersucht.

Tabella II

<u>Versuch</u>	<u>Wassergehalt</u>	<u>Extrahierbare Harzmenge (Harz + Restöl)</u>
	<u>%</u>	<u>%</u>
1	63	0
2	44,5	3,3
3	41,0	7,8
4	28,0	6,8
5	15,2	5,5
6	10,0	5,5
7	5,0	3,9
8	unter 0,1	2,6 (Harzfreies Öl)

Aus der Tabelle erkennt man, dass ein zu hoher Wassergehalt - Probe 1 - überhaupt eine Benetzung mit dem Benzol und damit jede Extraktionsfähigkeit verhindert. Zwischen 30 und 40 % Wassergehalt - dem durchschnittlichen Feuchtigkeitsgehalt der gedämpften Erde in der Extraktionsanlage - erreicht die mit Benzol extrahierte Harzmenge ein Maximum. Mit fallenden Wassergehalt sinkt die Harzmenge. Bei 5% beträgt sie aber noch rund 1,3% und wird erst bei einem Wassergehalt von unter 0,1% gleich Null. Der Extrakt ist dann ein harzfreies hellgelbes Öl. Diese Untersuchung zeigt, wie wichtig es ist, dass bei der Bestimmung des Ölgehaltes der extrahierten Erde die gedämpfte Erde wirklich von Wasser befreit ist. Das Maximum der extrahierten Harzmenge bei einem Wassergehalt von 30 - 40% beweist, dass durch eine grössere Menge im Extraktor zurückbleibender gedämpfter Erde das Extraktöl aus einer nachfolgenden Extraktion wesentlich verschlechtert wird. Die "Verdrängerwirkung" des Wassers ist abhängig von der Art, mit der das Wasser an die harzhaltige Erde gebracht wird.

Wird die entölte Erde nicht mit Benzol gedämpft, sondern durch Verreiben mit Wasser in einer Reibschale auf den entsprechenden Wassergehalt gebracht, so übt das Wasser nur eine sehr geringe Verdrängerwirkung aus.

Wassergehalt der Erde (1.Reibschale verrieben)	Extrahierte Harzmenge
15 %	1,16 %
30 %	1,14 %
40 %	0,54 %

Befindet sich das Wasser im Benzol, so ist die Verdrängerwirkung stärker als beim Verreiben in der Reibschale. Die extrahierbare Harzmenge beträgt aber nur 1/3 der bei gleichem Wassergehalt aus der gedämpften Erde extrahierbaren Harzmenge.

Wassergehalt im Benzol %	Wassergehalt der Erde %	Extrahierte Harzmenge %
0,06	1	0,23
0,3	5	0,92
1	15	2,84
2	30	2,86
2,4	40	2,74

(3 g Erde wurden mit 50 ccm wasserhaltigem Benzol extrahiert.)

Prüfung des Lösungsvermögens und der "Verdrängerwirkung" einer Reihe von Lösungsmitteln.

Die festgestellte starke Abhängigkeit der Extrahierbarkeit der Harze von einem "Verdränger" macht es notwendig, unter diesem neuen Gesichtspunkt systematisch zu prüfen, welche Lösungsmittelgemische für eine Entfernung der Harze am günstigsten sind. Am idealsten wäre es natürlich, wenn wir ein Lösungsmittel finden, das die Harze gleichzeitig löst und "verdrängt". An die zur Verwendung kommenden Lösungsmittel müssen noch einige weitere Anforderungen gestellt werden. Der Siedepunkt, die spezifische Wärme sowie die Verdampfungswärme sollen möglichst niedrig sein, um eine leichte und billige Trennung vom Harz zu ermöglichen. Giftige Lösungsmittel sollten nicht verwendet werden. Durch diese Forderungen wird die Anzahl der zur Verfügung stehenden Lösungsmittel stark eingeschränkt. Zu unseren Untersuchungen wurden daher nur folgende Lösungsmittel herangezogen:

- 1.) Erdölkohlenwasserstoffe:
Petroläther,
Benzin.
- 2.) Aromatische Kohlenwasserstoffe:
Benzol.
- 3.) Alkohole: Methylalkohol,
Äthylalkohol,
Isopropylalkohol,
Isobutylalkohol (Sd 108°)
- 4.) Ketone: Aceton,
Methyläthylketon.
- 5.) Chlorierte Kohlenwasserstoffe:
Chloroform,
Tetrachlorkohlenstoff,
Trichloräthylen.
- 6.) Ester: Amylacetat.

Die wichtigsten Daten der Kohlenwasserstoffe sind in Anlage 1 zusammengestellt.

Löslichkeit der Harze in den Lösungsmitteln:

Um die Löslichkeit zu prüfen, wurde je 1 g Harz mit 10 ccm des betreffenden Lösungsmittels bei Zimmertemperatur behandelt. Die chlorierten Kohlenwasserstoffe, Benzol sowie Amylacetat, lösen das Harz sehr leicht. In Petroläther und Benzin ist das Harz noch leicht löslich. Die Löslichkeit in Methylalkohol ist ausser ordentlich gering, sie wächst von den niedrigen zu den höheren Alkoholen. (siehe auch Anlage 2).

Löslichkeit der Harze in Alkoholen.

<u>Alkohol</u>	<u>10 ccm lösen von 1 g Harz</u>
Methylalkohol	6,4 %
Ethylalkohol	22,9 %
Isopropylalkohol	39,2 %
Isobutylalkohol	69,8 %

Von den beiden untersuchten Ketonen zeigt das höhermolekulare Keton eine grössere Löslichkeit:

<u>Keton</u>	<u>10 ccm lösen von 1 g Harz</u>
Aceton	49,4 %
Methyläthylketon	85,9 %

Die Untersuchung bewies, dass die Harze leicht benzollöslich sind, und dass sie nicht erst durch eine Veränderung benzollöslich werden. Auffallend ist die geringe Löslichkeit in den niedrigen aliphatischen Alkoholen sowie die schlechte Löslichkeit in den Ketonen. Da die Harze in so guten Harzlösungsmitteln wie Aceton und Methyläthylketon schlecht löslich sind, dürften sie dem ursprünglichen Mineralöl noch sehr ähnlich sein. Sie stehen zwischen dem Ausgangsöl und den als Säureharz abgeschiedenen polymerisierten Anteilen, die in Aceton leicht löslich sind. Man kann wohl annehmen, dass es sich bei diesen Harzen um zwar polymerisierte, aber noch im Öl lösliche Substanzen handelt.

"Verdrängungsfähigkeit" der Lösungsmittel:

Die gleichen Lösungsmittel wurden nun auf ihre Extraktionsfähigkeit für die adsorbierten Harze geprüft, und zwar einmal allein - in diesem Falle muss das Lösungsmittel also "verdrängen" und lösen - sowie im Gemisch mit n-Benzin. In der Mischung soll die Verdrängerwirkung der zugesetzten Komponente geprüft werden. Die Versuchsergebnisse sind in Anlage 3 zusammengestellt.

Petroläther (1) und Benzin (2) sind, wie bekannt, allein nicht in der Lage, das Harz aus der Erde zu entfernen. Da sie aber an sich das Harz gut lösen, wird die Extraktion nur durch die zu geringe Adsorptionskraft der Erde zu diesen Lösungsmitteln verhindert.

Die chlorierten Kohlenwasserstoffe lösen zwar mehr Harz als das Benzin aus der Erde, s.B. Chloroform (15) rund die Hälfte, Tetrachlorkohlenstoff (17) ein Viertel der in der Erde enthaltenen Harzmenge, jedoch steht diese extrahierte Harzmenge im krassen Gegensatz zur spielend leichten Löslichkeit der Harze in den chlorierten Lösungsmitteln. Für eine Entfernung der Harze aus der Erde fehlt also den chlorierten Kohlenwasserstoffen die Fähigkeit, die Harze zu verdrängen. Im Gemisch mit Benzin, das überhaupt keine Verdrängerwirkung besitzt, wird daher die extrahierte Harzmenge auch nicht grösser, sondern kleiner, da Benzin die Harze etwas schlechter löst als die chlorierten Kohlenwasserstoffe (16, 18, 20).

Ein völlig gleiches Bild ergab der Versuch mit Amylacetat. Ohne Zusatz wird nur knapp die Hälfte der Harze entfernt (21), und durch Zusatz von Benzol wird die Menge, wie zu erwarten, noch kleiner (22).

Am interessantesten werden die Ergebnisse bei den Alkoholen. Methylalkohol (3) entfernt aus der Erde gegenüber einer Extraktion mit Tetrachlorkohlenstoff mehr als die dreifache Menge Harz. Von den untersuchten Lösungsmitteln zeigten aber die Harze gerade in Methylalkohol die bei weitem geringste Löslichkeit. Diese Löslichkeit genügt aber noch, um bei genügender Menge Alkohol die Harze, die der Alkohol dank der starken Adsorptionskraft der Erde zum Methylalkohol verdrängt, zu lösen. Diese Verdrängerwirkung wird mit den höheren Alkoholen geringer, und so entfernt Isobutylalkohol (9) - obwohl es die Harze weit besser als Methylalkohol löst - nur etwas über die Hälfte der Harzmenge, die wir bei einer Extraktion mit Methylalkohol erhalten.

In Gemischen der Alkohole mit ^{Hexan} Benzol (4, 6, 8, 10) wächst die extrahierbare Harzmenge. Im Gegensatz zu den Versuchen mit den chlorierten Kohlenwasserstoffen wird bei den Alkoholen durch Zugabe des Benzols ja ein besseres Lösungsmittel in das Gemisch gebracht, das nach der Verdrängerwirkung des Alkohols die Harze löst.

Die Versuche mit Aceton (11) und Methyläthylketon (13) zeigen, dass diese beiden Ketone in ihrer Verdrängerwirkung zwischen dem Äthyl- und Propylalkohol liegen. Benzol erhöht infolge der grösseren Löslichkeit die extrahierbare Harzmenge (12, 14).

Benzol (23) besitzt nur eine sehr geringe Verdrängerwirkung. Infolge des geringeren Lösungsvermögens extrahiert das Gemisch Benzol/Benzol (24) weniger Harz als Benzol allein.

Nach dieser Untersuchung besteht eine Art Gegenspiel zwischen Löslichkeit und "Verdrängerwirkung". Lösungsmittel, in denen die Harze leicht löslich sind, besitzen keine starke Adsorptionskraft zur Erde, und umgekehrt lösen die Kohlenwasserstoffe mit starker Verdrängerwirkung die Harze nur kaum.

Wahl des Lösungsmittelgemisches für die Extraktion der Harze:

Diese Erkenntnisse versetzen uns in die Lage, das am besten geeignete Lösungsmittelgemisch für die Extraktion der Harze zu finden. Kombiniert man das Lösungsmittel mit der grössten Verdrängerwirkung, Methylalkohol, - der dem Äthylalkohol in der Verdrängerwirkung weit überlegen ist - mit guten Lösungsmitteln für die Harze, wie z.B. Chloroform, Tetrachlorkohlenstoff, Trichloräthylbenzol oder Benzol, so muss man die für die Extraktion am stärksten wirksamen Gemische erhalten. Diese Theorie wurde durch die Versuche voll bestätigt.

Lösungsmittel	$\text{CHCl}_3/\text{CH}_3\text{OH}$	$\text{CCl}_4/\text{CH}_3\text{OH}$	$\text{C}_2\text{H}_5\text{OH}/\text{CH}_3\text{OH}$	$\text{C}_6\text{H}_6/\text{CH}_3\text{OH}$
Extrahierte Harzmenge in %				
1. Extraktion	8,96	10,05	9,36	8,64
2. Extraktion	1,81	1,58	1,44	1,46
3. Extraktion	0,53	0,57	0,41	0,79
Insgesamt	11,30	12,20	11,21	10,89
Verbesserung gegenüber Benzin/ $\text{C}_2\text{H}_5\text{OH}$	2,53	3,43	2,44	2,12

Zum Beweis der Richtigkeit wurde eine Erde aus der Raffination von schwerem Maschinenöl sowie von Zylinderöl 4,0 Reitbrock zuerst mit Alkohol/Benzin und dann mit Chloroform/Methylalkohol bzw. Tetrachlorkohlenstoff/Methylalkohol extrahiert.

Erde aus:	Raff. schw. Masch.öl		Raff. Zyl.öl 4.0	
	$\text{C}_2\text{H}_5\text{OH}/\text{Benz.}$	$\text{CHCl}_3/\text{CH}_3\text{OH}$	$\text{C}_2\text{H}_5\text{OH}/\text{Benz.}$	$\text{CCl}_4/\text{CH}_3\text{OH}$
Extrahierte Harzmenge in %				
1. Extraktion	6,56	-	7,27	-
2. "	1,54	-	1,20	-
3. "	0,67	-	0,57	-
4. "	-	2,04	-	1,21
5. "	-	1,07	-	0,80
6. "	-	0,70	-	0,61
Insgesamt:	8,77	3,81	9,04	2,62
		<u>12,58</u>		<u>11,66</u>

Diese Versuche beweisen die höhere Extraktionsfähigkeit der auf Grund unserer vorhergehenden Versuche zusammengestellten Lösungsmittelgemische gegenüber dem bisher verwendeten Gemisch Benzin/Äthylalkohol.

Erde aus der Nass- und Trockenraffination von Wgr.

Die bessere Wirkung tritt auch bei den Erden aus der Nass- und Trockenraffination von Wgr. ein und gilt somit für alle zur Zeit in unseren Werken zur Verwendung kommenden Erden.

Erde aus	Raff.von OY 2		Raff.von Trafo-Öel	
	Extrahiert mit $C_2H_5OH/Benz.$ $CH_3OH/CHCl_3$		$C_2H_5OH/Benz.$ $CH_3OH/CHCl_3$	
	Extrahierte Harzmenge in %			
1. Extraktion	} 8,0	7,64	} 9,6	9,34
2. "		1,17		1,34
3. "		0,53		0,12
Insgesamt:	8,0	9,34	9,6	10,80

Bedeutung der Versuchsergebnisse für die Arbeitsweise bei der Extraktion und Regenerierung der Erden:

Bei der Entölung der Filterkuchen will man ein Extraktöl von möglichst Raffinatqualität erhalten. Diese Forderung verbietet, für die Entölung ein anderes Lösungsmittel als Benzin zu benutzen. An sich wären z.B. die chlorierten Kohlenwasserstoffe oder Benzol als Lösungsmittelkomponente in unserem zur Regenerierung erforderlichen Lösungsmittelgemisch geeigneter als Benzin. Der Wechsel von Benzin der Extraktion zu einem anderen Lösungsmittel bei der Regenerierung würde aber bedeuten, dass man nicht, wie beabsichtigt, den benzinhaltigen Schlamm in den Regenerationsextrakteur pumpen kann. Eine Entfernung des Benzins und ein Transport der trockenen Erde in den Regenerationsextrakteur bedeutet bei der Bauart unserer Anlage eine grosse technische Schwierigkeit. Wir werden daher vorerst bei Benzin als lösende Komponente bleiben müssen.

Als Träger der Verdrängerwirkung kommt nur Methylalkohol in Frage. Methylalkohol hat auch noch gegenüber Äthylalkohol den Vorzug, dass er mit Wasser kein azeotropes Gemisch bildet, sodass seine Wiedergewinnung sich sehr erleichtert. Die Art der Aufarbeitung bleibt sonst die gleiche wie beim Äthylalkohol.

Die Arbeiten werden fortgesetzt.

Z E A - W h r .

gez. Dr. Hofmann

Anlage 1 zum ZEA-Bericht Nr. 7/41.

Daten der verwendeten Lösungsmittel.

<u>Lösungsmittel</u>	<u>d/20°</u>	<u>Siedepunkt</u> <u>°C</u>	<u>spez. Wärme</u> <u>cal/g 20°</u>	<u>Verdamp-</u> <u>fungswärme</u> <u>cal/g</u>
n-Benzin	0,700	65 - 95	0,50	80
Methylalkohol	0,792	65	0,60	210
Äthylalkohol	0,789	78	0,60	210
Isopropylalkohol	0,788	82	-	-
Isobutylalkohol (sek.)	0,807	106 - 108	-	-
Benzol	0,873	80	0,41	94
Aceton	0,792	56	-	-
Methyläthylketon	0,804	78	-	-
Chloroform	1,48	61	0,23	58
Tetrachlorkohlenstoff	1,59	76	0,21	47
Trichloräthylen	1,47	86	0,23	58

.....

Anlage 2 zum ZEA-Bericht Nr. 7/41

Löslichkeit von Harzen in Kohlenwasserstoffen.

Je 1 g Harz aus einer Erde der Raffination von schwerem Maschinenöl Reitbrock wird mit 10 ccm des betreffenden Lösungsmittels 2 Min. geschüttelt:

<u>Lösungsmittel:</u>	<u>10 ccm lösen von 1 g Harz</u>
Petroläther	leicht
n-Benzin	leicht
Methylalkohol	6,4%
Äthylalkohol	22,9%
Isopropylalkohol	39,2%
Isobutylalkohol	69,8%
Aceton	49,4%
Methyläthylketon	85,9%
Chloroform	sehr leicht
Tetrachlorkohlenstoff	sehr leicht
Trichloräthylen	sehr leicht
Benzol	sehr leicht
Amylacetat	sehr leicht

814

Anlage 3 zum ZEA-Bericht Nr. 7/41.

Extraktion einer entölten Erde aus der Raffination von schw. Maschinenöl (Reitbrook) mit verschiedenen Lösungsmitteln.

No.	Lösungsmittel	1. Extraktion	2. Extraktion	3. Extraktion	Insgesamt
Extrahierte Harzmenge in %					
1	Petroläther	-	-	-	} 0,66% Öl
2	Benzin	-	-	-	
3	CH ₃ OH	5,77	2,54	1,04	9,35
4	" / Benzin	8,48	2,08	0,69	11,25
5	C ₂ H ₅ OH	5,77	1,46	1,11	8,39
6	" / Benzin	6,56	1,54	0,67	8,77
7	C ₃ H ₇ OH	4,25	1,31	0,67	6,23
8	" / Benzin	4,25	1,32	0,58	6,15
9	C ₄ H ₉ OH	3,76	1,17	0,80	5,73
10	" / Benzin	4,15	1,55	0,59	6,29
11	CH ₃ COCH ₃	5,53	1,54	0,61	7,68
12	" / Benzin	6,56	1,30	0,75	8,61
13	CH ₃ COC ₂ H ₅	5,93	1,14	0,41	7,48
14	" / Benzin	5,26	1,49	0,58	7,33
15	CHCl ₃	3,59	1,44	0,82	5,85
16	" / Benzin	2,24	1,40	0,95	4,59
17	CCl ₄	1,11	1,12	0,74	2,97
18	" / Benzin	0,79	0,90	0,63	2,32
19	C ₂ HCl ₃	2,02	1,61	1,13	4,76
20	" / Benzin	1,04	0,49	0,49	2,02
21	CH ₃ COOC ₅ H ₁₁	3,04	1,31	0,61	4,96
22	" / Benzin	2,84	1,00	0,49	4,33
23	C ₆ H ₆	1,46	0,74	0,63	3,83
24	" / Benzin	0,92	0,68	0,72	2,32