

Überhausen-Holtten, 8. Juni 1944

Verfahren zur Verbesserung synthetischer Schmieröle,
 besonders zur Erzielung hoher Alterungsbeständigkeit.

(Zusatz zur Anmeldung R 108 370 IVd/23b)

Gegenstand des Hauptpatentes (Anmeldung R 108 370 IVd/23b) ist ein Verfahren zur Erhöhung der Alterungsbeständigkeit synthetischer, durch Kondensation olefinischer Kohlenwasserstoffgemische in Gegenwart von Aluminiumchlorid erhaltener Schmieröle, wonach man solche Schmieröle bei etwa 170° längere Zeit mit geringen Mengen von Aluminiumchlorid und elementarem Schwefel behandelt, anschließend die Öle bei annähernd gleicher Temperatur der Einwirkung von Bleicherde und Zinkoxyd und/oder Magnesiumoxyd unterwirft, dann längere Zeit auf etwa 260° erhitzt und in üblicher Weise eine Destillation im Vakuum anschließt. Hierdurch werden in guter Ausbeute Öle von gutem Geruch und hervorragender Alterungsbeständigkeit erhalten, wobei durch die $AlCl_3$ -Behandlung in Gegenwart von Schwefel eine Spaltung praktisch ausgeschlossen und durch die Behandlung mit Bleicherde und den genannten Oxyden die aufgenommenen Verunreinigungen entfernt werden.

In weiterer Ausbildung dieses Verfahrens wurde erkannt, daß sich Verbesserungen in der technischen Durchführung erhalten lassen, wenn die Entfernung der durch die Behandlung der Schmieröle mit $AlCl_3$ und Schwefel gebildeten Verunreinigungen, besonders der Chlorverbindungen, an Stelle von Mischungen von Bleicherde mit MgO und/oder ZnO mit Mischungen von Bleicherde und Zn oder mit Zn allein durchgeführt wird. Die Erhitzung mit Mischungen von Bleicherde und Zink findet zweckmäßig gleichfalls bei Temperaturen von etwa 170° statt, während für die Behandlung mit Zink allein die Anwendung von Temperaturen von etwa 220 bis 240° zweckmäßig ist. Für die Entchlorung werden Bleicherde in einer Menge von 2 bis 5 % und Zink in einer Menge von 0,5 bis 3 % für sich oder in Mischung verwandt.

Bei der Verwendung einer Mischung von Bleicherde und Zn ist eine mehrmalige Benutzung des Reinigungsmittels möglich. Für die Wiederverwendung ist es einzig erforderlich, den Rückstandskuchen von den anhaftenden Oelresten durch Behandlung mit Wasser

zu befreien, die durch einfaches Abspülen oder auch durch Destillation mit Wasserdampf erfolgen kann. Nach der Trocknung ist er alsdann unmittelbar für neue Verwendung bereit. Er kann mehrmals von neuem verwandt werden, ohne daß ein Nachlassen der Entchlörungswirkung auftritt. Zweckmäßig wendet man die aktivierten Bleicherden in granulierter Form an, das metallische Zink besonders günstig in Form von 1 bis 5 mm-Spänen.

Die Entfernung der Verunreinigungen durch Behandlung mit Zink allein hat den Vorteil, daß eine verklebende Wirkung, die der Benutzung mancher Bleicherden anhaftet, nicht auftritt und daß daher eine besonders einfache Abtrennung des behandelten Oels vom Reinigungsmittel in jedem Falle sichergestellt ist.

Die Behandlung kann kontinuierlich oder diskontinuierlich erfolgen. Im Falle der kontinuierlichen Behandlung wird das Schmieröl unter entsprechendem Druck zweckmäßig unten in einen mit dem Reinigungsmittel gefüllten Turm eingeführt, wobei in gewissen Zeitabständen jeweils eine Nachwaschung mit Wasserdampf vorgenommen wird. Eine besondere Vorreinigung durch Ausfiltern von in den Kohlenwasserstoffen enthaltenen Kontaktölrresten bzw. eine zweckmäßig in der Hitze durchgeführte Neutralisation über Natronkalk hat sich als zweckmäßig erwiesen.

Die durch Anwendung der erfindungsgemäß anzuwendenden Reinigungsmaßnahme im Laufe des Verfahrens nach dem Hauptpatent erzielten Vorteile ergeben sich aus dem nachstehenden Beispiel.

Ausführungsbeispiel

10 kg Schmieröl V₅₀ = 6,8°E werden mit 80 g Aluminiumchlorid (0,8 %) und 15 g fein gemahlenem Schwefel (0,15 %) unter kräftigem Rühren 2 Stunden bei 180° umgesetzt. Hierauf trennt man das stark riechende heiße Oel von der Katalysatorschicht ab und gibt ein Gemisch von 300 g (3 %) aktiver Bleicherde mit 200 g (2 %) Zink, Körnung 1 bis 5 mm, zur Oelschicht und erhitzt unter lebhaftem Rühren 4 Stunden auf 180°. Das so gereinigte Oel wird heiß filtriert. Die restlichen viscosen Anteile entfernt man aus dem anfallenden Filterkuchen durch mehrfaches Nachwaschen mit einer gesättigten Benzinfraction, z.B. von der Siedelage 150 bis 200°. Verwendet man an Stelle des Bleicherde-Metall-Gemisches lediglich metallisches Zink in unverändert gleicher Menge, so

wird die Umsetzung bei 230° vollzogen. Die Filtration verläuft dann unter sonst gleichen Bedingungen besonders rasch und weitgehend. Setzt man die zweifache Menge Bleicherde und Zink bzw. Zinkmetall allein ein, so kann dieser Zusatz, nach jeweiligem Durchblasen von Wasserdampf, fünfmal zur Reinigung und Entchlorung verwandt werden, ohne daß die Raffinationswirkung nachläßt. Das erhaltene Filtrat wird noch 5 Stunden auf 260° erhitzt und anschließend erst unter normalem Druck, dann bei 5 mm Hg solange destilliert, bis die ursprüngliche Viscosität $V_{50} = 6,8^{\circ E}$ erreicht ist. Das Endprodukt ist völlig einwandfrei im Geruch, gemäß Prüfung bei 150° frei von korrosivem Schwefel und gegenüber 160° heißem Sauerstoff nach sechsständiger Einwirkung hochstabil. Es zeigt die gleiche Alterungsfestigkeit wie das im Hauptpatent beschriebene Schmiermittel. Sein Chlorgehalt beträgt unter Verwendung einer Mischung von Bleicherde und Zink unter den angegebenen Bedingungen zur Entchlorung ca. 70 mg/kg, während bei der genannten Verwendung von Zink allein ein Chlorgehalt von ca. 80 mg/kg erhalten wurde.

Es wird also ein wesentlicher Vorteil dadurch erreicht, daß in der Reinigungsstufe das verwandte Mittel verschiedene Male, und zwar fünfmal und mehr, benutzt werden kann, während das nach dem Hauptpatent verwandte Gemisch von Bleicherde und Zinkoxyd und/oder Magnesiumoxyd nur einmal für diesen Zweck nutzbar gemacht werden kann.

Patentanspruch

Weitere Ausbildung des Verfahrens zur Erhöhung der Alterungsbeständigkeit synthetischer, durch Kondensation olefinischer Kohlenwasserstoffgemische in Gegenwart von Aluminiumchlorid erhaltener Schmieröle nach DRP (Anmeldung R 108 370 IVa/23b), wonach man solche Schmieröle bei etwa 170° längere Zeit mit geringen Mengen von Aluminiumchlorid und elementarem Schwefel behandelt, anschließend die Öle bei annähernd gleicher Temperatur der Einwirkung von Bleicherde und Zinkoxyd und/oder Magnesiumoxyd unterwirft, dann längere Zeit auf etwa 260° erhitzt und in üblicher Weise eine Destillation im Vakuum anschließt, d a d u r c h g e k e n n z e i c h n e t, daß in der zweiten Stufe an Stelle eines Gemisches von Bleicherde und Zinkoxyd und/oder Magnesium-

7884

- 4 -

oxyd eine Mischung von Bleicherde und Zink bzw. Zink allein verwendet wird, wobei für die Behandlung mit Mischungen von Bleicherde und Zink zweckmäßig Temperaturen von etwa 170° und für die Behandlung mit Zink allein Temperaturen von etwa 220 bis 240° angewandt werden.

RUHRCHEMIE AKTIENGESELLSCHAFT