

7918  
Oberhausen-Holteln, 21. Juli 1943

Verfahren zur Aufarbeitung von Kontaktölresten, die bei  
der Olefinpolymerisation zu Schmierölen mittels Alumi-  
niumchlorid anfallen

Bei der Polymerisation von Olefinen oder olefinhaltigen Produkten mit Aluminiumchlorid zu Schmierölen fällt Kontaktöl an, das in der Technik gewöhnlich zu wiederholten Malen zum gleichen Zweck herangezogen wird. Hierbei wird das Verhältnis des Kontaktöls zum Ausgangsbenzin in der Regel konstant gehalten; z.B. setzt man in die Oelsynthese dauernd auf 100 Teile olefinhaltige Kohlenwasserstoffe 50 Teile gebrauchtes Kontaktöl ein. Es fällt somit durch Neubildung laufend eine gewisse Menge Kontaktöl an, die aus dem Polymerisationsprozeß ausgeschaltet werden muß. Das in diesen ausgeschalteten Mengen enthaltene Aluminiumchlorid und das darin vorliegende synthetische Öl stellen wertvolle Stoffe dar, die eine weitere Verwendung nahelegen. Man ist nun bisher so vorgegangen, daß das aus dem Prozeß herausgezogene Kontaktöl zur Aufbesserung der Alterungsfähigkeit von durch Polymerisation erhaltenen Schmierölen durch Erhitzen auf beispielsweise bis 170° benutzt wurde. Man hat hierbei den doppelten Vorteil, daß das im abgetrennten Kontaktöl enthaltene Aluminiumchlorid noch eine nutzbringende Verwendung findet und daß gleichzeitig die im Kontaktöl vorliegenden Ölreste aus diesem herausgenommen werden. Hierbei setzen sich jedoch die verbleibenden Kontaktölreste in Form asphaltähnlicher plastischer Massen an den Wandungen der Apparate und in den Leitungen fest. Da sie beim Stehen noch mehr eindicken, so ist hierdurch die Aufarbeitung des gebrauchten Kontaktöles und somit auch die Olefinpolymerisation überhaupt erschwert.

Es wurde nun erkannt, daß sich die genannten Schwierigkeiten vermeiden lassen, wenn die Aufarbeitung des Kontaktöls durch gemeinsames Erhitzen mit durch Polymerisation erhaltenen Schmierölen in Gegenwart von großporigen Stoffen auf Temperaturen von/rund 200°, vornehmlich auf 220 bis 240°, erfolgt. Zur Steigerung des Effektes können hierbei noch geringe Mengen Aluminiumchlorid hinzugegeben werden. Man kann auch so vorgehen, daß zunächst eine getrennte Erhitzung von Schmieröl- und Kontaktölresten erfolgt, worauf die Temperatur nach Zugabe der großporigen

Stoffe auf rund 220 bis 240° gesteigert wird. Die Mengenverhältnisse werden zweckmäßig so gewählt, daß auf 100 Teile Schmieröl rund 2 bis 3 Teile Kontaktöl und etwa 5 Teile großporige Stoffe genommen werden. Die Wirkung des Verfahrens wird durch die Gegenwart von  $\text{CaCO}_3$  noch erhöht, von dem im allgemeinen ein Zusatz von rund 1 % genügt.

Wie die nachstehende Tabelle erkennen läßt, wird die angestrebte Wirkung wesentlich schneller bei etwas höherer Temperatur erreicht. Bei jeweils 7-stündiger gemeinsamer Erhitzung von 100 Teilen durch Olefinpolymerisation erhaltenem Schmieröl, 3 Teilen gebrauchtem Kontaktöl und 5 Teilen Granusil wurden folgende Ergebnisse erhalten.

<u>Temperatur</u>	<u>Filtrationszeit in Minuten</u>
190°	180
210°	60
235°	35
235° (dazu 1 % $\text{CaCO}_3$ )	15

Dagegen wird durch eine Erhöhung des Zusatzes an großporigen Stoffen keine wesentliche Beschleunigung der Filtrationszeit erhalten. Zur Erzielung einer raschen und sicheren Wirkung ist es erforderlich, die großporigen Stoffe durch intensive Trocknung von restlicher Feuchtigkeit zu befreien. Als großporige Stoffe haben sich besonders Bleicherden, vor allem das unter dem Namen Granusil bekannte Produkt, bewährt.

Bei der Durchführung des Verfahrens fallen die Kontaktölrreste in Form eines leicht filtrierbaren, körnig-sandigen Niederschlages an, der sich leicht aus den Apparaten entfernen läßt. Damit ist eine ganz wesentliche Verbesserung in der technischen Durchführung der Olefinpolymerisation gegeben, weil die mit der Fortschaffung der bei der Aufarbeitung anfallenden Kontaktölrreste verbundenen Schwierigkeiten behoben sind. Aus dem anfallenden körnig-sandigen Niederschlag können durch entsprechend hohe Erhitzung die großporigen Stoffe in einer unmittelbar wiederzuverwendenden Form erhalten werden.

Patentansprüche

1.) Verfahren zur Aufarbeitung der bei der Olefinpolymerisation zu Schmierölen mittels Aluminiumchlorid anfallenden Kontaktölrreste durch Erhitzen in Gegenwart von bei der Olefinpolymerisation erhaltenen Schmierölen, gegebenenfalls nach Zugabe von Aluminiumchlorid, dadurch gekennzeichnet, daß das Gemisch mit großporigen Stoffen auf Temperaturen von über rund  $200^{\circ}$ , vornehmlich auf  $220$  bis  $240^{\circ}$ , erhitzt wird.

2.) Verfahren nach Anspruch 1, dadurch gekennzeichnet, daß zunächst eine getrennte Erhitzung von Schmieröl und Kontaktöl auf etwas niedrigere Temperaturen, z.B. auf  $190^{\circ}$ , erfolgt, worauf die Temperatur nach Zugabe von großporigen Stoffen auf rund  $220$  bis  $240^{\circ}$  gesteigert wird.