

Ruhrchemie Aktiengesellschaft  
Oberhausen-Holten  
Abt. HL/Cl/Tsg.

000954

Oberhausen-Holten, den 21. Juli 1939

3448 - 30/5 01 - 66

Verw.  
Tsg. Nr. 2119 ✓  
FME 124439

Herren Prof. Martin  
Dr. Hagemann  
Dir. Alberts  
Dr. Goethe  
Dipl. Ing. Wilke

Betr.: Nachbehandlung des Öles.  
Überführung des Kontaktöles in körnige Form.

1. Einleitung.

Die Überführung unseres technischen Oles in eine sauerstoff-stabilere Form erfolgt durch heisse Nachbehandlung mittels  $AlCl_3$  mit Kontaktöl. Durch diese Maßnahme werden zwei Effekte erzielt: 1.) Die Aufbesserung des Öles. 2.) Die Ausnutzung der im Kontaktöl noch enthaltenen wertvollen Bestandteile; diese umfassen einmal die katalytisch noch wirksamen  $AlCl_3$ -Verbindungen, andererseits als Schmiermittel verwendbare viskose Öle. Nach Versuchen aus früheren Jahren läßt sich dieser letztere Anteil in weniger geschickter Weise dadurch gewinnen, daß man die im Betrieb als Überschuß anfallende Kontaktschicht mit Wasser zersetzt und die Ölanteile durch Destillation abtrennt. Das so erhaltene dunkle, mit Tonsil nicht aufhellbare Produkt muss erst wieder mit  $AlCl_3$  behandelt werden; man erhält auf diesem Umweg - Zerstörung des  $AlCl_3$  und erneuter Zusatz - ein Öl, das immer noch einen hohen Conradsontest hat. ( Vers.Nr. 2086 )

Demgegenüber ist der heutige Weg, das Kontaktöl durch Nachbehandlung auszunutzen und aufzuteilen, ohne Zweifel überlegen. Jedoch macht sich unter Umständen im Betrieb eine störende Erscheinung geltend: Die durch die Nachbehandlung bei 170° ausgebrauchten Kontaktölrreste setzen sich in Form asphaltähnlicher, plastischer Massen an den Wandungen der Apparate und in den Leitungen fest und geben zu Verstopfungen umso eher Anlaß, als sie beim Stehen immer mehr erstarren.

Die nachfolgenden Versuche zeigen, daß man diese Rückstände aus der plastischen in eine körnige, filtrier- und transportierbare Form überführen kann, indem man sie mittels Granosil bei geeigneter Temperatur aufspaltet und absorbiert. Die Versuche sind aus den Anlagen 1 - 5 ersichtlich.

## 2. Versuche.

In den Versuchen Anl. 1 und 2 sind Gemische von Granosil und Kontaktöl gleichzeitig zur Anwendung gebracht. Um den Stabilisierungseffekt nicht zu stören, muss das Granosil durch intensive Trocknung von restlicher Feuchtigkeit befreit werden.

Anl. 1: Das Gemisch wurde 5 Stunden bei  $235^{\circ}$ , unter diesen Bedingungen wird das schleimige Kontaktöl gut filtrierbar, und es bildet sich ein körnig-sandiger Filterkuchen. Die Jodzahl sinkt bei schwach getrocknetem Granosil nur auf 50, der  $O_2$ -Test bleibt niedrig, dagegen steigt im  $O_2$ -Test die Induktionszeit auf 2 Stunden, wenn das Granosil intensiver - 20 Stunden lang getrocknet wurde.

Anl. 2: Erhitzt man das Öl mit 3 % frischem Kontaktöl und 5 % Granosil 7 Stunden bei  $235^{\circ}$ , so fällt nach glatter, leichter Filtration ein  $O_2$ -stabiles Öl mit der Jodzahl 44 an, das im  $O_2$ -Test dem reinen Granosilöl überlegen ist und sich ebenso leicht filtrieren läßt.

Um die katalytische Wirksamkeit des Kontaktöles voll zu erfassen, wurde in den weiteren Versuchen das Öl zunächst bei  $190-200^{\circ}$  stabilisiert, alsdann ohne Filtration mit Granosil versetzt und höher erhitzt. Soll die Jodzahl, als Gradmesser der Nachbehandlung, noch tiefer gesenkt werden, so fügt man noch kleine Mengen frisches  $AlCl_3$  hinzu. Als normale Menge des Kontaktöles können 2 - 3 % gelten, da diese Mengen im Betrieb als Überschuss zur Verfügung stehen.

Anl. 3: Ohne  $\text{AlCl}_3$  - Zugabe kommt man im Versuch 2729/1 zu einem  $\text{O}_2$ -stabilen Öl mit der Jodzahl 35; nach Zusatz von 0,3 %  $\text{AlCl}_3$  im Versuch 2731/2 sinkt die Jodzahl auf 23, die Induktionszeit steigt auf über 3 Stunden. Bei allen Versuchen dieser Anlage verlief die Filtration wieder sehr leicht, an den Wandungen klebten auch nicht die geringsten Reste Kontaktöl. Allerdings liegt der Conradsontest bei  $\text{cm}^2$  - 0,28, wohl bedingt durch die Anwesenheit des aus der Kontaktschicht stammenden Öles. Es müssen daher in Antoversuchen die Eigenschaften des Öles im Hinblick auf Ring - Stecken geprüft werden.

In den Versuchen der Anlage 3 wurden die Öle 7 Stunden lang bei der verhältnismäßig hohen Temperatur von  $235^\circ\text{C}$  mit Granosil erhitzt. Es erhebt sich die Frage, wie eine Senkung dieser Temperatur auf die Zersetzung der asphaltischen Rückstände und damit auf die Filtrationsgeschwindigkeit wirkt. Die nicht in den Anlagen aufgeführte Reihe 2736 ergab für einen Einsatz von je 1200 g Öl:

1) Granosilbehandlung	7 Std.	$190^\circ$	Filtrationszeit	180 Min.
2) " "	"	$210^\circ$	"	60 "
3) " "	"	$235^\circ$	"	35 "
4) Fall 3), dazu 1% $\text{CaCO}_3$	"	$235^\circ$	"	15 "

d.h. für eine weitgehende Zersetzung der Rückstände darf die Temperatur nicht wesentlich unter  $235^\circ$  sinken. Günstig wirkt ein Zusatz von  $\text{CaCO}_3$ !

Anl. 4: Auch der erhitzte Einsatz von Granosil - (bis 10 %/ erlaubt nicht die Senkung dieser Temperatur auf  $190 - 210^\circ$ , ohne daß die Filtrationszeit wieder ansteigt. Dabei war das angewandte Granosil frei von Staubanteilen unter 0,1 mm.

Anl. 5: Selbst bei  $220^\circ$  erfordert die Zersetzung der Kontaktölrreste eine ziemlich lange Zeitdauer:

Granosilbehandlung	$220^\circ$	3 Std. lang,	Filtrationszeit	60 Min.
"	5 "	"	"	40 "
"	7 "	"	"	30 "
"	10 "	"	"	20 "

d.h. auch nach 3 stündiges Erhitzen ist das Minimum der Filtrationszeit noch nicht erreicht. Sie sinkt mit der Dauer der Granosilbehandlung immer weiter ab.

000957

### 3. Zusammenfassung.

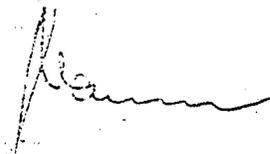
Die bei der Nachbehandlung mittels Kontaktöl und  $AlCl_3$  im Öl verbleibenden, in der Apparatur störenden asphaltartigen Rückstände werden dadurch in eine leicht filtrierbare Form übergeführt, daß man das Öl unmittelbar anschließend mit etwa 5 % Granosil versetzt und mehrere Stunden auf  $220 - 230^\circ$  erhitzt. Durch den Übergang in die körnig-sandige Form ist das Kontaktöl leicht zu filtrieren, zu transportieren bzw. zu verbrennen.

Auch werden seine öligen Bestandteile weitgehend ausgenutzt.-

Was andererseits das Öl betrifft, so wird durch dieses Verfahren der Bedarf an  $AlCl_3$  zur Herstellung eines stabilen Öles mit niedriger Jodzahl von 0,6 % auf die Hälfte gesenkt. Die Verschlechterung des Conradson-testes von etwa 0,1 auf 0,2 - 0,3 % erscheint tragbar. Das Öl, ein Mischtyp von  $AlCl_3$  und Granosil - nachbehandeltem Öl, ist orange bis rotbraun gefärbt und zeigt starke grüne Fluoreszenz.

Versuche im Prüfstandmotor müßten die Beobachtungen im Laboratorium noch ergänzen.

Anlagen.



Nachbehandlung mit einem Gemisch von Granosil + Kontaktöl.

Ein Rückstandsöl von  $V_{50} = 3, -^{\circ}$  wurde mit einem Gemisch von 5 % Granosil + 5 % Kontaktöl während 5 Std. bei  $235^{\circ}$  gerührt, filtriert und Vak-destilliert. Bei Versuch 1 war das Granosil bei  $105^{\circ}$  nur teilweise = 4 Std., bei Versuch 2 intensiv = 20 Std. getrocknet worden.

2602

	1 Granosil <u>kurz</u> getrocknet	2 Granosil <u>stark</u> getrocknet
<u>1) mit Granosil + Ktöl <math>235^{\circ}</math></u>		
Destillat	1,5 %	0,9 %
Gewichtsverlust	1,7 %	1,2 %
Filterkuchen	körnig, sandig	körnig, sandig
<u>2) Vak.-Destillation</u>		
Destillat bis $^{\circ}\text{C Fl.}$	$225^{\circ}$	$220^{\circ}$
" Menge	10,1 %	11,7 %
Gewichtsverlust	0,1 %	0, - %
erhaltenes Retdsöl	86,6 %	86,2 %
" $V_{50}$	$7,6^{\circ}$	$7,6^{\circ}$
" Flpkt.	$225^{\circ}$	$229^{\circ}$
" NZ	0,01	-
" VZ	0,03	-
" Jodzahl	50	-
" $\text{O}_2$ Test $140^{\circ}$	95 Min. + $20,7^{\circ}$	160 Min. + $20, -^{\circ}$
" Ind. Zeit	60 Min.	130 Min.

Ruhrchemie Aktiengesellschaft  
Oberhausen-Holten

000959

Nachbehandlung mit Granosil + Ktöl bzw. Granosil allein 235°.

Ein Ser Öl aus Betrieb RB wurde mit 3 % frischem Betriebskontaktöl und 5 % getrocknetem Granosil zusammen bzw. mit 5 % Granosil allein 7 Std. bei 235° behandelt, nach Filtration Vak.destilliert.

2719

	1 Granosil + Ktöl	2 Granosil allein
<u>1) Behandlung 235°</u>		
Destillat	0,7 %	0,9 %
Gewichtsverlust	0,1 %	1,1 %
Filtration	gut	gut
Filterkuchen	körnig, sandig	körnig, sandig
<u>2) Vak.-Destillation</u>		
Destillat bis 200° Fl.	7,9 %	8,9 %
Gewichtsverlust	0,1 %	0,2 %
erhaltenes Rstdsöl	91,2 %	88,9 %
" Farbe	tiefgelb, grün fluoresc.	hellgelb, grün fluoresc.
" v <sub>50</sub>	8,1°	10,3°
" Flpkt.	220°	235°
" Almentest	180	180
" Jodzahl	44	44
" O <sub>2</sub> Test 140°	180 Min.+16,3°	73 Min.+19,9°
" " Ind.Zeit	160 Min.	20 Min.

Ruhrchemie Aktiengesellschaft  
Oberhausen-Holten

Behandlung erst mit  $AlCl_3$  + Ktöl, dann bei höherer Temperatur mit Granosil.

Zur besseren Ausnützung erfolgte die Stabilisierung bei  $190 - 200^\circ$ , dann die Zersetzung der Kontaktölreste mittels Granosil bei  $235^\circ$ . Das Granosil wurde ohne vorausgegangene Filtration zugesetzt. Einsatz  $1200\text{ g S}^0\text{R-Öl}$ .

	2729/1 Kontaktöl dann Granosil	2731/1 $AlCl_3$ +Ktöl dann Granosil	2731/2 $AlCl_3$ +Ktöl dann Granosil
2729, 2731			
<u>1) Stabilisierung</u>			
Betriebskontaktöl	3 %	3 %	3 %
$AlCl_3$	-	0,1 %	0,3 %
erhitzen	4 Std. $200^\circ$	4 Std. $190^\circ$	7 Std. $190^\circ$
<u>2) ohne Filtration</u>			
Zugabe von Granosil	5 %	5 %	5 %
erhitzen	7 Std. $235^\circ$	7 Std. $235^\circ$	7 Std. $235^\circ$
Destillat	1,1 %	1,- %	1,5 %
Gewichtsverlust	2,1 %	1,6 %	2,3 %
<u>3) Entchlorung</u>			
Tonsil + $ZnO$ $180^\circ$			
Destillat	0,1 %	0,1 %	0,1 %
<u>4) Vak. Destillation</u>			
Destillat bis $200^\circ$ Fl.	7,4 %	7,8 %	6,7 %
Gewichtsverlust	0,2 %	0,1 %	0,6 %
Restöl $200^\circ$ Fl.	92,1 %	88,9 %	87,1 %
" V <sub>50</sub>	8,4	9,-	8,3
" KZ	-	0,01	0,-
" VZ	-	0,05	0,13
" Jodzahl	35	33	23
" Conradson	-	0,21	0,28
" $O_2$ Test $140^\circ$	180 Min. + $18^\circ$	135 Min. + $19,9^\circ$	180 Min. + $4,4^\circ$
" " Ind. Zeit	150 Min.	90 Min.	< 180 Min.

000961

Nachbehandlung erst mit  $AlCl_3$  + Kontaktöl, dann mit größeren Mengen Granosil bei  $190 - 210^\circ$ .

1) Nachbehandlung:

4800 g  $8^\circ E$  Betriebsöl  
3 % Kontaktöl 4 Std.  $190^\circ$   
0,3 %  $AlCl_3$

2) dann ohne Filtration Behandlung mit 7,5 - 10 % getrocknetem Granosil in der Körnung 0,1 bis 0,75 mm:

2751

	1 $190^\circ$	2 $190^\circ$	3 $210^\circ$	4 $210^\circ$
2) Granosil 0,1 - 0,75 mm erhitzen	7,5 % 7 Std. $190^\circ$	10 % 7 Std. $190^\circ$	7,5 % 7 Std. $210^\circ$	10 % 7 Std. $210^\circ$
Filtrationszeit für 1200 g Öl	120 Min.	90 Min.	120 Min.	60 Min.
<u>3) Entchlorung</u>				
<u>4) Vak. Destillation</u>				
Rstdsöl $200^\circ F$	90,9 %	88, - %	91,5 %	86, - %
" $V_{50}$	7,7	7,8	8, -	8, -
" Jodzahl	29	22,5	22	18
" Conradson test	0,20	0,18	0,19	0,19
" $O_2$ -Test $140^\circ$	180 Min. $4,7^\circ$	180 Min. $4,3^\circ$	180 M. $17,1^\circ$	180 M. $2,6^\circ$
" Ind. Zeit	180 Min.	180 Min.	150 Min.	180 Min.

Nachbehandlung erst mit  $AlCl_3$  + Kontaktöl, dann bei höherer Temperatur mit ungetrocknetem Granosil. Dann variieren.

1) Erst Stabilisierung bei  $190^\circ$ :

4800 g 8°E Betriebsöl  
3 % Kontaktöl } 4 Std.  $190^\circ$   
0,3 %  $AlCl_3$

2) dann ohne Filtration Behandlung mit 5 % ungetrocknetem Granosil bei  $220^\circ C$  verschieden lange:

2737

	3 Std.	5 Std.	7 Std.	10 Std.
<u>2) mit Granosil erhitzen</u>	3 Std. $220^\circ$	5 Std. $220^\circ$	7 Std. $220^\circ$	10 Std. $220^\circ$
Filtrationszeit für 1200 g Öl	60 Min.	40 Min.	30 Min.	20 Min.
<u>3) Entchlorung</u>				
Tonsil + ZnO $180^\circ$ , Öl =	97,5 %	96,4 %	96,1 %	95,5 %
<u>4) VakDestillation</u>				
<del>Restöl-<math>200^\circ</math>-Fl.</del>	<del>91,6 %</del>	<del>90,6 %</del>	<del>92,3 %</del>	<del>90,6 %</del>
" $V_{50}$	8,2	8,-	8,-	8,-
" Jodzahl	27,5	24	35,5	22,5
" Conradson	0,25 %	0,26 %	0,20 %	0,29 %
" $O_2$ -Test $140^\circ$	180 M. $1,3^\circ$	180 M. $8,7^\circ$	156 M. $20^\circ$	180 M. $7,5^\circ$
" Ind. Zeit	< 180 Min.	< 180 Min.	120 Min.	< 180 Min.
Farbe	orange bis rotbraun, starke grüne Fluoreszenz			