

3996-30/301 et c.

Prof. Z/D

177

Hamburg, den 4. Dezember 1940

Übersetzung des Berichtes NA.-2.

004831

Untersuchung von Faktoren, die bei der Entparaffinierung von
Schmierölen wichtig sind.

von E.C.H. Kolvoort.

Problemstellung.

Die Entparaffinierung von Schmierölfractionen wird meistens durch Verdünnung mit Auflösungsmitteln ausgeführt, wie z.B. von Methyl-Aethyl-Keton-Benzol, SO_2 Benzol, welches so zusammengesetzt sind, dass bei der Filtrationstemperatur die Öle ja, die Paraffine dagegen nicht aufgelöst werden.

Das Öl wird mit dem Auflösungsmittel gemischt, das Gemisch erwärmt bis alle Ölbestandteile aufgelöst sind und dann gekühlt, bis das Paraffin kristallisiert, worauf dann die Filtration des Paraffins erfolgt, meistens auf rotierenden Filtern (Primär-Filtration). Öfters wird der hierbei erhaltene Filterkuchen nochmals mit Lösungsmittel bei der Filtrationstemperatur gemischt und erneut filtriert. (Das ist das sogen. "repulpen", im folgenden Sekundär-Filtration genannt.)

Das Ziel unserer Untersuchungen war nun, festzustellen, welches die beste Arbeitsweise bei dieser Entparaffinierungsmethode war in Richtung von

- 1) hoher Ausbeute an gefiltertem Öl
- 2) schnelle Filtration.

Eine erwünschte hohe Ölausbeute geht zusammen mit einem ölarmen Paraffinkuchen, der infolgedessen besser geeignet ist zur Weiterbearbeitung, sei es zu Paraffin oder als Grundstoff für die chemische Industrie, (Herstellung von Olefinen durch Kracken und weitere Verwendung dieser Olefine z.B. zu Seife.

Schnelle Filtration ist erwünscht für die Filterkapazität einer Entparaffinierungsanlage.

Für den Bau von Entparaffinierungsanlagen ist eine gründliche Kenntnis der Faktoren, die die Entparaffinierung beeinflussen, von grosser Bedeutung. Dazu war es nötig, einige semitechnische Untersuchungen auszuführen.

Stand der Untersuchung

Untersucht wurden folgende Grundstoffe:

La Concepcion Furfurol-Raffinat		
Colon	"	"
Conodoro	"	"

Ausserdem wurden einige Untersuchungen gemacht mit:

Rodessa Destillat
Balik Papan Destillat
Oficina Furfurol-Raffinat

Am ausführlichsten wurde La Concepcion- und Colon-Raffinat untersucht. Hierbei ergab es sich, dass hauptsächlich folgende Faktoren die Ergebnisse des Entparaffinierungsprozesses beeinflussen:

- 1) Das Mass der Ölverdünnung (Verhältnis Öl zu Auflösungsmittel)
- 2) Die Zusammensetzung des Auflösungsmittels (Verhältnis Benzol-Methyl-Aethyl-Keton)
- 3) Die Art des Zufügens von Lösungsmittel (d.h. Zufügen aller Lösungsmittel vor der Kühlung oder Zufügen eines Teils des Lösungsmittels, nachdem eine teilweise Kristallisation des Paraffins bereits stattgefunden hat, sogen. zweifache Lösung.)
- 4) Die Anwesenheit von Stoffen, die die Kristallisation günstig beeinflussen (Dopes).
- 5) Das Ausmass von Rührung und Turbulenz des Paraffins-Öllösungs-Gemisches während der Abkühlung.
- 6) Die Geschwindigkeit der Abkühlung des Paraffins-Öllösungsmittel-Gemisches.

Ein Punkt, der ohne Zweifel von Einfluss ist, der aber von uns nicht untersucht wurde, ist der Einfluss der Verschiedenheit der Beginntemperatur der Kühlung des Paraffin-Auflösung (resp. der Temperatur, auf die man das Paraffin-Auflösungs-Ölgemisch erhitzt bevor die Kühlung beginnt).

Alle diese Faktoren sind in erster Linie von Einfluss auf die Primär-Filtration. (Das "repulpen", kombiniert mit der sekundären Filtration, liefert sehr gute Paraffinkuchen und infolgedessen hohe Ölausbeute. Die Vorgänge jedoch komplizieren sich und die benötigte Filter-Kapazität wird erhöht.

Die oben genannten Faktoren, die die Resultate der Entparaffinierung beeinflussen, sind einzuteilen in 2 Gruppen:

- 1) in die Faktoren, welche mehr den Ölgehalt der Paraffinkuchen resp. die Ölausbeute, beeinflussen
- 2) in Faktoren, welche mehr die Filtrationsgeschwindigkeit beeinflussen.

In der untenstehenden Tabelle sind unter "Ölausbeute" und "filtrationsgeschwindigkeit" die Entparaffinierungsumstände zusammengestellt, die in der betreffenden Richtung die günstigsten Resultate ergaben.

Meistens sind die für die Ölausbeute günstigsten Umstände ungünstig für die Filtrationsgeschwindigkeit und umgekehrt. Für beide Fälle ist jedoch der Zusatz von Filtrations-Dopes günstig, insbesondere Dubbs Pitch und Aluminiumstearat.

Günstige Umstände für:

hohe Ölausbeute	grosse Filtrationsgeschwindigkeit
Filtrations-Dope Kühlen in geringer Verdünnung, d.h. Anwendung der zweifachen Lösung. In vielen Fällen ist vorteilhaft nicht Rühren Repulping des Primär-Kuchens	Filtrations-Dope Kühlen in starker Verdünnung langsam, manchmal schnell Rühren, abhängig vom Grundstoff. langsam Kühlen Lösungsmittel-Zusammensetzung derart, dass bei der Filtrationstemperatur eine Entmischung der Lösung eintritt

Bei gleichem Paraffingehalt sind übrigens unter gleichen Entparaffinierungsbedingungen die Filtrationsgeschwindigkeit der Ölausebeute in hohem Masse abhängig von dem Ausgangsstoff. So liess sich das Concepcion Raffinat besser entparaffinieren als das Colon-Raffinat, während Comodor-Raffinat sich sehr gut entparaffinieren lässt.

Für den Einfluss der Rührschnelligkeit und Tubulenz während der Kühlung, gelten keine allgemeinen Regeln, die für alle Grundstoffe zutreffen. Dieser Einfluss ist für die verschiedenen untersuchten Grundstoffe sehr verschieden. In vielen Fällen wirkt eine schnelle Rührung ungünstig auf die Filtrationsgeschwindigkeit in anderen Fällen dagegen liefert schnelles Rühren bessere Filtrationsgeschwindigkeit im Vergleich zu langsamem Rühren. Aus den Untersuchungsergebnissen von La Concepcion kann gefolgert werden, dass Säure und Erdebehandlung die Rührempfindlichkeit, d.h. also die Filtrationsgeschwindigkeit verkleinert, während Hinzufügen von asphaltischen Produkten wie Dubbs Pitch die Rührempfindlichkeit stark vergrössert. (Bei Anwesenheit von Dubbs-Krackresidu verlief z.B. bei langsamem Rühren die Filtration 25 mal schneller als bei schnellem Rühren). Auch für andere Ausgangsstoffe ist qualitativ derselbe Effekt anzunehmen. Was schliesslich die Wirkung des Filtrations-Dopes betrifft, wurde gefunden, dass für eine gute Entparaffinierung, Aluminiumstearat bessere Resultate ergibt, als Dubbs Crackresidu. Wichtig ist hierbei die Art der Auflösung des Dopes, worüber noch weitere Untersuchungen gemacht werden müssen.

Zusammenfassend kann gesagt werden, dass bei unseren Laboratoriums Versuchen sehr überraschende Effekte bezüglich der Filtrationsgeschwindigkeit und der Paraffin-Qualität erhalten wurden bei einer günstigen Kombination der Entparaffinierungs-Bedingungen. Beim Neubau von Fabriken ist es sehr erwünscht, diesen Erfahrungen Rechnung zu tragen.

Weitere Untersuchungspläne

Bis jetzt wurde nur ausschliesslich Benzol-Methyl-Aethyl-Keton als Verdünnungsmittel gebraucht. Mit demselben Gemisch soll noch eine Untersuchung durchgeführt werden mit einem Oficina-Furfurol-Raffinat.

Danach soll im Vergleich zu Benzol-Methyl-Aethyl-Keton als Verdünnungsmittel eine Anzahl Rohstoffe entparaffiniert werden mit Benzol-SO₂. Als Ausgangsstoff kommen hauptsächlich Venezuela, Nienhagener, Rodessa und Balik Papan Grundstoffe infrage.

Anlage!

Anlage

Experimentelle Daten:

Bemerkung

d_4^{70} der Kuchen ist ein Mass für den Ölgehalt des Kuchens und eine Ausbeute an entparaffiniertem Öl. Für ölfreie Öle ist d_4^{70} ca. 0,800, für ölhaltige höher. Die Filtrationsgeschwindigkeit gilt für Öl + Lösungsmittel im Verhältnis 1:5

A. Grundstoff: La Concepcion raffinat EMO 9947

	d_4^{70} Kuchen	Ölhalti- ger Kuchen in %	Schnel- liger Kuchen ligkeit (l/dm ² /St.)
Ohne Dope, langsames Rühren	0.822	(ca.55)	40
mit Dope, langsames Rühren	0.802	(ca. 5)	80
mit Dope, schnelles Rühren	0.804	(ca.10)	10
Zweifache Lösung	0.804	(ca.10)	5
ohne Dope, schnelles Rühren	0.820	(ca.50)	7

B. Grundstoff: Colon Raffinat

Die Kuchendichte ist höher als oben, die Schnelligkeit niedriger. Mit 0,2 % Aluminiumstearat als Dope und langsames Rühren ist eine Kuchendichte von 0.801 erreichbar, mit schnellerem Rühren und zweifacher Lösung mit Dope, ist die Kuchendichte ca. 0.804, die Schnelligkeit 2,5 l/dm²/St.

C. Grundstoff: Comodore Raffinat

Ohne Dope und bei langsamem Rühren war die Schnelligkeit ca. 20 l/dm²/St., die Kuchendichte 0,835. Durch Zufügen von 0,2 % Aluminiumstearat geht die Schnelligkeit auf 30 l/dm²/St. und die Kuchendichte auf 0.815 zurück. Durch repulpen ist eine Kuchendichte von 0.808 als Minimum erreichbar. Durch zweifache Lösung wird die Schnelligkeit ca. 2 l/dm²/St.

Einige Beispiele von "unterschiedlicher Rührgeschwindigkeit"

Unter Rührgeschwindigkeit wird verstanden das Verhalten

Filtrationsgeschwindigkeit bei langsamem Rühren
Filtrationsgeschwindigkeit bei schnellem Rühren

Ist langsames Rühren günstig, dann ist die Rührgeschwindigkeit grösser als 1, ist schnelles Rühren günstig, dann ist die Rührgeschwindigkeit kleiner als 1.

Aus nachfolgender Tabelle ergibt sich, dass

- 1) die Rührgeschwindigkeit stark zusammenhängt mit dem Ausgangsstoff und
- 2) die Rührgeschwindigkeit vor allen Dingen bei Concepcion Raffinat im hohen Mass durch die Anwesenheit von asphaltartigen Produkten beeinflusst wird, seien sie als Lope zugeführt, oder seien sie als Ausgangsstoff anwesend.

<u>Grundstoff</u>	<u>Rührgeschwindigkeit</u>
Modessa Destillat	! 0.5
" " + 0.5% Dubbs Pitch	! 1
Balik Papan Destillat	! 0.6
" " " + 0.5% Dubbs Pitch	! 0.6
Concepcion Raffinat, mit Säure und Pulver behandelt	! 1
Concepcion Raffinat, mit Pulver behandelt	! 2
Concepcion Raffinat, unbehandelt	! 8
Concepcion Raffinat, mit 0.5% Dubbs Pitch	! 25