Ruhrchemie Aktiengesellschaft
Oberhausen-Holten

Abt.HL/Cl/Tag. Oberhausen-Holten, den 21. Juli 1939

Herren Prof. M a r t i n
Dr. H a g e m a n n
Dir. A l b e r t s
Dr. G o e t h e l
Dipl.Ing. W i l k e

Sekretariat Hg.
Eingang: 26. 7. 1939
Lfd. Nr.: 2141
Beantw.: /

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

1. Einleitung.

Die Überführung unseres technischen Öles 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 viscose 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; manh erhält auf diesem Umweg - Zerstörung des $AlCl_3$ und erneuter Zusatz - ein Öl, das immer noch einen hohen Conradsentest hat. (Vers.Nr. 2e86)

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 Kontaktölreste 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 festlicher Feuchtigkeit befreit werden.

Anl. 1: Das Gemisch wird 5 Stunden bei 235°; 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 5o, der O_2-Test bleibt niedrig, dagegen steigt im O_2-Test die Induktionszeit auf 2 Stunden, wenn das Granosil intensiver = 2o Stunden lang getrocknet wurde.

Anl. 2 : Erhitzt man das Öl mit 3 % frischem Kontaktöl und 5 % Granosil 7 Stunden bei 235°, 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 19o-2oo° 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 $AlCl_3$ - Zugabe kommt man im Versuch 2729/1 zu einem O_2-stabilen Öl mit der Jodzahl 35; nach Zusatz von 0,3 % $AlCl_3$ 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 0,21 - 0,28, wohl bedingt durch die Anwesenheit des aus der Kontaktschicht stammenden Öles. Es müssen daher in Autoversuchen 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°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°	Filtrationszeit	180	Min.
2)	"	"	210°	"	60	"
3)	"	"	235°	"	35	"
4)	Fall 3), dazu 1% $CaCO_3$	"	235°	"	15	"

d.h. für eine weitgehende Zersetzung der Rückstände darf die Temperatur nicht wesentlich unter 235° sinken. Günstig wirkt ein Zusatz von $CaCO_3$!

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

Anl. 5: Selbst bei 220° erfordert die Zersetzung der Kontaktölreste eine ziemlich lange Zeitdauer:

Granosilbehandlung 220°	3 Std. lang,	Filtrationszeit	60	Min.
"	5 "	"	40	"
"	7 "	"	30	"
"	10 "	"	20	"

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

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° erhitzt. Durch den Übergang in die körnig-sandige Form ist das Kontaktöl leicht zu filtrieren, zu transportieren bezw. 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 niederer Jodzahl von 0,6 % auf die Hälfte gesenkt. Die Verschlechterung des Conradsontestes von etwa 0,1 auf 0,2 - 0,3 % erscheint tragbar. Das Öl, ein Mischtyp von $AlCl_3$ - und Granosil - nachbehandelten Öl, ist orange bis rotbraun gefärbt und zeigt starke grüne Fluorescenz.

Versuche im Prüfstandmotor müßten die Beobachtungen im Laboratorium noch ergänzen.

Anlagen.

Nachbehandlung mit einem Gemisch von Granosil + Kontaktöl.

Ein Rückstandsöl von V_{50} = 8,-° wurde mit einem Gemisch von 5 % Granosil + 5 % Kontaktöl während 5 Std. bei 235° gerührt, filtriert und Vak-destilliert. Bei Versuch 1 war das Granosil bei 1o5° nur teilweise = 4 Std., bei Versuch 2 intensiv = 2o Std. getrocknet worden.

26o2

	1 Granosil kurz getrocknet	2 Granosil stark getrocknet
1) mit Granosil + Ktöl 235°		
Destillat	1,5 %	o,9 %
Gewichtsverlust	1,7 %	1,2 %
Filterkuchen	körnig, sandig	körnig, sandig
2) Vak.-Destillation		
Destillat bis °C Fl.	225°	22o°
" Menge	1o,1 %	11,7 %
Gewichtsverlust	o,1 %	o,- %
erhaltenes Rstdsöl	86,6 %	86,2 %
" V_{50}	7,6°	7,6°
" Flpkt.	225°	229°
" NZ	o,o1	-
" VZ	o,o3	-
" Jodzahl	5o	-
" O_2Test 14o°	95 Min.+2o,7°	16o Min.+2o,-°
" " Ind.Zeit	6o Min.	13o Min.