

DEUTSCHES REICH



AUSGEGEBEN AM  
30. OKTOBER 1942

REICHSPATENTAMT  
PATENTSCHRIFT

№ 727 289

KLASSE 23 b GRUPPE I 05

I 67038 IV d/23 b

3354

\* Dr. Karl Smeykal und Dr. Friedrich Asinger in Leuna, Kr. Merseburg, \*  
sind als Erfinder genannt worden.

I. G. Farbenindustrie AG. in Frankfurt, Main

Spalten von Mineralölemulsionen

Patentiert im Deutschen Reich vom 19. Mai 1940 an  
Patenterteilung bekanntgemacht am 24. September 1942

Gemäß § 2 Abs. 1 der Verordnung vom 20. Juli 1940 ist die Erklärung abgegeben worden,  
daß sich der Schutz auf das Protektorat Böhmen und Mähren erstrecken soll.

Die natürlich vorkommenden Mineralöle finden sich häufig in Form von Emulsionen mit Wasser. Um sie daraus zu gewinnen, sind schon verschiedene Maßnahmen vorgeschlagen worden. Unter anderem hat man schon daran gedacht, Sulfonierungserzeugnisse aus naphthenischen Ölen oder auch die durch Behandeln aliphatischer Kohlenwasserstoffe mit Schwefeldioxyd und Chlor und Verseifung der dabei entstehenden Sulfonsäurechloride erhaltlichen Sulfonsäuren zum Spalten der Ölemulsionen zu verwenden.

Es wurde nun gefunden, daß man die Spaltung der Mineralölemulsionen mit besonders gutem Ergebnis erreichen kann, wenn man dazu Sulfonate verwendet, die man in bekannter Weise durch Behandeln von Kohlenwasserstoffgemischen mit einem Siedebereich zwischen etwa 190 und 240°, die aus der katalytischen Hydrierung der Oxyde des

Kohlenstoffs stammen, mit Halogen und Schwefeldioxyd und anschließende Versäufung erhält.

Zur Gewinnung des als Spaltnittel dienenden Sulfonats trennt man aus den genannten Kohlenwasserstoffölen den zwischen etwa 190 und 240° siedenden Anteil ab und behandelt ihn mit Halogen und Schwefeldioxyd. Dabei ist es zweckmäßig, vor dieser Umsetzung noch in den Kohlenwasserstoffen enthaltene sauerstoff- oder stickstoffhaltige oder andere, z. B. ungesättigte Beimengungen zu entfernen oder deren störende Eigenschaften unwirksam zu machen, z. B. durch eine Nachhydrierung oder eine Reinigung mit Schwefelsäure.

Die Umsetzung des Kohlenwasserstoffgemischs mit Halogen und Schwefeldioxyd kann man durch die Einwirkung von kurzwelligem Licht begünstigen. Die erhaltenen Sulfon-

säurehalogenide werden dann beispielsweise mit verdünnter Alkali- oder Erdalkalihydroxydlösung behandelt. Auf diese Weise erhält man die für das vorliegende Verfahren dienenden sulfonsauren Salze in gelöster Form. Man kann zu ihrer Gewinnung auch die Behandlung der Kohlenwasserstofföle mit Halogen und Schwefeldioxyd und die Verseifung der Sulfonsäurehalogenide so ausführen, daß man die Einwirkung des Halogens und des Schwefeldioxyds nur bis zur Umsetzung etwa der Hälfte des Kohlenwasserstoffgemischs vor sich gehen läßt und die Verseifung mit verdünnter, z. B. 5prozentiger Alkalihydroxydlösung ausführt.

Die so gewonnene Lösung der sulfonsauren Salze kann man unmittelbar den zu spaltenden Emulsionen zusetzen. Man kann die Salze aber auch als solche gewinnen, indem man z. B. die Lösungen eindampft und den Rückstand trocknet; die so erhaltenen festen Salze können dann mit Mineralölen angerieben und in dieser Form zum Spalten der Mineralölemulsion angewandt werden. Schließlich kann man auch die freien Sulfonsäuren für den genannten Zweck benutzen. Sie lassen sich aus den Lösungen der Salze durch Ansäuern mit Mineralsäuren leicht gewinnen. Eine Ausführungsform des Verfahrens, auf die es jedoch nicht beschränkt

ist, sowie ein Vergleich mit der Anwendung eines aus dem zwischen 240 und 260° siedenden Anteil erhaltenen Sulfonats sei nachstehend beschrieben.

Aus einem durch katalytische Reduktion von Kohlenoxyd bei gewöhnlichem Druck erhaltenen und durch Nachhydrierung von ungesättigten und sauerstoffhaltigen Verbindungen gereinigten Kohlenwasserstofföl mit den Siedegrenzen 190 bis 370° und der Dichte 0,768 (20°) wurden durch Destillation drei Anteile gewonnen, und zwar einmal ein Öl (Öl 1) mit dem Siedebereich 230 bis 310° und weiterhin ein Öl vom Siedebereich 190 bis 240° (Öl 2) sowie ein drittes vom Siedebereich 240 bis 260° (Öl 3). Alle drei Anteile wurden durch Behandeln mit Chlor und Schwefeldioxyd und durch alkalische Verseifung des entstandenen Sulfonsäurechlorids mit 5prozentiger Natronlauge in die wäßrigen Lösungen der Natriumsalze der entsprechenden Sulfonsäuren übergeführt, aus denen nach Eindampfen, Trocknen und Zerkleinern in Wasser klar lösliche Salze erhalten wurden. Diese wurden dann auf ihr Spaltvermögen für zwei Emulsionen untersucht, von denen die eine (1) aus 54%, die andere (2) aus 36% Salzwasser in Erdöl bestand. Dabei wurde das folgende Ergebnis erhalten:

Angewandtes Salz	Zugesetzte Menge Sulfonat g/l	Emulsion 1 Spaltung nach 24 Stunden %	Emulsion 2 Spaltung nach 24 Stunden %
Natriumsulfonat aus Öl 1 .....	3000	100	100
- - Öl 2 .....	1000	100	100
- - Öl 3 .....	1000	80	24

Von dem Salz aus Öl 2 vom Siedebereich 190 bis 240° genügt also der dritte Teil der Menge, die von dem Salz aus Öl 1 erforderlich ist, um in 24 Stunden eine vollständige Spaltung zweier verschiedener Emulsionen herbeizuführen. Es zeigt sich andererseits, daß bei Anwendung gleicher Mengen Sulfonat nur das aus dem Öl 2 erhaltene eine vollkommene Spaltung der Emulsionen in 24 Stunden bewirkt, während die Spaltung bei Verwendung des Sulfonats aus Öl 3 in der gleichen Zeit recht unvollständig ist.

#### PATENTANSPRUCH:

Spalten von Mineralölemulsionen durch Zusatz von Sulfonsäuren oder ihren Salzen, die man aus aliphatischen Kohlenwasserstoffen durch Einwirkung von Halogen und Schwefeldioxyd und anschließende Verseifung erhält, dadurch gekennzeichnet, daß man aus Kohlenwasserstoffölen mit dem Siedebereich von etwa 190 bis 240°, die aus der katalytischen Hydrierung der Oxyde des Kohlenstoffs stammen, in der genannten Weise erhaltene Sulfonsäuren oder sulfonsaure Salze verwendet.