

BREVET D'INVENTION.

Gr. 14. — Cl. 4.

N° 825.839

Procédé de fabrication d'huiles de graissage de haute valeur.

Société dite : I. G. FARBENINDUSTRIE AKTIENGESELLSCHAFT résidant en Allemagne.

Demandé le 23 août 1937, à 14^h 26^m, à Paris.

Délivré le 16 décembre 1937. — Publié le 15 mars 1938.

(Demande de brevet déposée en Allemagne le 13 octobre 1936. — Déclaration du déposant.)

On sait qu'on obtient des produits analogues aux huiles de graissage en traitant des huiles grasses ou des huiles minérales ou des mélanges de ces substances avec des 5 décharges électriques silencieuses, en particulier avec des décharges de haute fréquence. L'expérience a montré que les huiles ainsi obtenues ne suffisent plus aux exigences de l'heure actuelle, en particulier 10 parce que leur index de viscosité est trop bas et qu'elles ne sont par conséquent pas susceptibles d'améliorer suffisamment les qualités de viscosité d'autres huiles. Pour la fabrication d'huiles de haute valeur, il s'est 15 par conséquent montré nécessaire d'utiliser comme matières de départ des hydrocarbures riches en hydrogène et ayant un poids moléculaire élevé, ces matières ayant un point d'ébullition situé au-dessus de 250° C. 20 Dans ces hydrocarbures, on doit choisir en particulier les hydrocarbures de paraffines solides, et surtout des paraffines molles et dures, ou bien des matières ayant un poids moléculaire encore plus élevé, par exemple 25 l'ozokérite ou la cérésine. Mais, toutes ces matières de départ ont l'inconvénient d'être relativement coûteuses. En outre, pour leur traitement, il est nécessaire de travailler à des températures supérieures au point de fusion 30 de sorte que pendant le traitement avec des décharges électriques silencieuses, on doit

chauffer la masse de réaction à des températures relativement élevées. De même, il est souvent compliqué d'entreprendre la préparation des produits de voltolisation ainsi 35 obtenus, car souvent il est désirable d'éliminer des produits de réaction bruts toutes les matières de départ non encore transformées, ce qui, pour les matières premières à poids moléculaire élevé, n'est possible que par distil- 40 lation à des températures élevées ou par un traitement relativement compliqué avec des solvants ou similaires.

Or, on a constaté qu'on peut obtenir des huiles de graissage d'aussi bonne valeur en 45 adoptant un tout autre groupe de matières de départ, bien moins coûteuses et n'entraînant pas pendant le traitement les inconvénients cités. Suivant l'invention, on utilise les matières de départ qui, pratiquement, sont 50 constituées intégralement de mélanges d'hydrocarbures paraffineux purs et dont le point d'ébullition se trouve situé entre 170 et 250° C. Grâce au fait que les matières de départ sont pratiquement de nature intégra- 55 lement paraffineuse, leur teneur en hydrogène est supérieure à 17 gr., avantageusement entre 17,5 et 18,5 gr. d'hydrogène pour 100 gr. de carbone. Le poids moléculaire de ces matières de départ se maintient 60 à peu près dans les limites de 140 — 210. Ainsi qu'il a été dit, ces matières de dé-

Prix du fascicule : 8 francs.

part sont beaucoup moins coûteuses que les paraffines ou d'autres matières ayant un poids moléculaire encore plus élevé. Grâce au fait qu'elles sont liquides à la température ordinaire, on peut ne pas les chauffer pour le traitement ou ne les chauffer que peu, afin de maintenir la masse de réaction à l'état liquide. En outre, la matière de départ non modifiée peut être éliminée de la masse de réaction simplement par une distillation, pour laquelle il n'est plus nécessaire d'employer des températures tellement élevées — eu égard aux températures d'ébullition relativement basses des matières de départ — qu'il puisse en résulter un danger d'une scission des matières formées à poids moléculaire élevé. D'autre part, les produits ainsi obtenus ne se distinguent que très peu ou pas du tout de ceux obtenus en partant de paraffines molles ou dures ou de matières ayant un poids moléculaire encore plus élevé, car elles possèdent un index de viscosité équivalent et conviennent par conséquent de façon excellente à améliorer les qualités de viscosité d'autres huiles. De même, elles possèdent un point d'inflammation très élevé.

Les matières de départ peuvent par exemple être obtenues d'huiles minérales de base paraffineuse ou même de produits d'hydrogénation sous pression, en particulier de ceux obtenus dans des conditions de forte hydrogénation, donc avec une forte pression d'hydrogène et, ou, avec emploi de catalyseurs fortement hydrogénants, en particulier les sulfures de métaux lourds. À côté des huiles minérales de base paraffineuse, il convient d'utiliser en particulier les produits d'hydrogénation sous pression de lignites pour la fabrication de ces matières de départ. Après élimination préalable des asphaltes et des résines et, de préférence, après séparation des paraffines solides, lesdits mélanges d'hydrocarbures sont soumis à un traitement à température plus élevée avec des hydrocarbures liquéfiés, gazeux à la température ordinaire, en particulier l'éthane ou le propane, ou des mélanges de ces derniers, ou encore avec des solvants sélectifs pour hydrocarbures aromatiques ou naphthéniques, par exemple de l'anhydride sulfureux liquéfié, de l'ammoniaque liquide, des phénols, par exemple des crésols, des acides

cétoniques, des dérivés de glycol, du furfurool, de l'hydrazine phénylique, des éthers chlorés, par exemple le β , β - éther dichlore-diéthylrique, éventuellement après dilution avec des hydrocarbures liquéfiés, gazeux à la température ordinaire. On obtient ainsi des raffinés riches en hydrogène qui, s'ils ne sont pas encore assez riches en hydrogène, peuvent être traités à nouveau avec lesdits solvants sélectifs à température élevée, ou encore, avec des cétones, par exemple l'acétone à basse température. Les fractions d'huile ainsi obtenues sont ensuite utilisées comme matières de départ pour le traitement avec des décharges électriques silencieuses.

Dans certaines conditions, on peut également recueillir des matières de départ directement par hydrogénation d'huiles relativement exemptes d'hydrogène, dans des conditions fortement hydrogénantes, en particulier sous une forte pression et avec de grandes quantités de catalyseurs fortement hydrogénants.

On obtient des résultats particulièrement favorables avec des matières de départ telles que spécifiées, qui ont été obtenues par traitement des oxydes du carbone, en particulier de l'oxyde de carbone, avec de l'hydrogène à la pression ordinaire ou à une pression plus élevée.

Lesdites matières de départ sont traitées dans les dispositifs usuels pour le traitement avec des décharges électriques silencieuses, par exemple les tubes à ozone de Siemens ou les tambours de voltolisation, jusqu'à ce que le produit de réaction ait la viscosité désirée. De préférence on emploie des décharges de tension et de fréquence élevées. On peut de cette façon produire des huiles de graissage de viscosité quelconque. Sont particulièrement précieuses les huiles qui possèdent une viscosité de 20-100° E. à 100° C. On a été surpris de constater qu'il était possible d'obtenir des huiles de cette qualité avec le procédé suivant l'invention, sans qu'il se produise des dérivés résineux.

Les huiles de graissage peuvent, si on le désire, être soumises à un traitement ultérieur avec des hydrocarbures liquéfiés, gazeux à la température ordinaire ou à une température plus élevée, et on peut les raffiner avec de l'acide sulfurique ou de la terre à

blanchir, éventuellement après dissolution dans des hydrocarbures légers, par exemple du propane ou du butane. On peut également employer plusieurs de ces traitements ultérieurs. En outre il est avantageux d'ajouter aux huiles de graissage des anti-oxydants.

Exemple. — Un mélange d'hydrocarbures, obtenu avec de l'oxyde de carbone et de l'hydrogène et dont le point d'ébullition est situé essentiellement entre 180 et 250° C., est traité dans un tube à ozone de Siemens à la température ordinaire sous une pression absolue de 2-5 mm. de colonne de mercure, pendant 20 heures, avec des décharges électriques silencieuses de 7.000 volts et 1.000 périodes. Pendant le traitement, l'hydrocarbure devient de plus en plus épais et au cours du traitement, on chauffe la masse de réaction de façon qu'elle reste liquide. On recueille ainsi une huile de graissage ayant une viscosité de 25° C. à 99° C. et un index de viscosité de 130.

RÉSUMÉ.

Un procédé de fabrication d'huiles de graissage de grande valeur par traitement

d'hydrocarbures avec des décharges électriques silencieuses, en particulier des décharges de haute fréquence, caractérisé par les dispositions suivantes, prises séparément ou en combinaison :

1. On utilise des matières de départ, pratiquement constituées intégralement de mélanges d'hydrocarbures purs de nature paraffineuse et dont le point d'ébullition est situé essentiellement entre 170 et 250° C., telles qu'on peut les extraire des huiles minérales de base paraffineuse ou de produits d'hydrogénation sous pression, ou par traitement d'oxydes du carbone avec de l'hydrogène;

2. On peut utiliser des matières de départ du genre indiqué sous 1, obtenues par transformation hydrogénée des oxydes du carbone, en particulier de l'oxyde de carbone.

Société dite : I. G. FARBENINDUSTRIE.

AKTIENGESELLSCHAFT.

Par procuration :

BLÉTRY.