



(11)

EP 3 418 352 A1

(12) **EUROPÄISCHE PATENTANMELDUNG**

(43) Veröffentlichungstag:
26.12.2018 Patentblatt 2018/52

(51) Int Cl.: **C10M 177/00** (2006.01) **B01F 5/10** (2006.01)
B01F 312 (2006.01) **C10N 30/02** (2006.01)
C10N 70/00 (2006.01)

(21) Anmeldenummer: 17176937.5

(22) Anmeldetag: **20.06.2017**

(84) Benannte Vertragsstaaten:
**AL AT BE BG CH CY CZ DE DK EE ES FI FR GB
 GR HR HU IE IS IT LI LT LU LV MC MK MT NL NO
 PL PT RO RS SE SI SK SM TR**
 Benannte Erstreckungsstaaten:
BA ME
 Benannte Validierungsstaaten:
MA MD

(72) Erfinder: **Seewald, Gerhard**
16515 Oranienburg (DE)

(74) Vertreter: **Garrels, Sabine
Schnick & Garrels
Patentanwälte
Schonenfahrerstrasse 7
18057 Rostock (DE)**

(71) Anmelder: **Intervalve Research and Development GmbH**
16515 Oranienburg (DE)

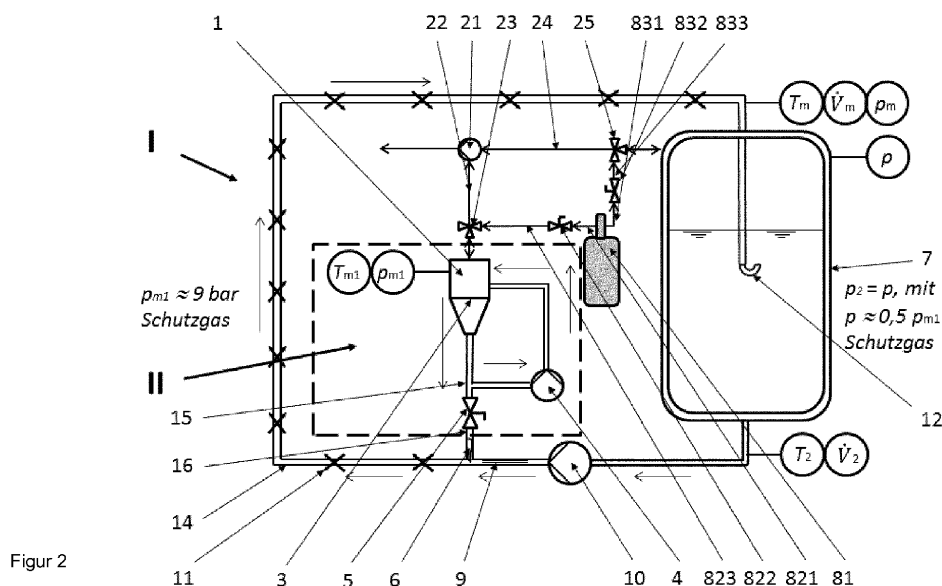
(54) VERFAHREN UND ANORDNUNG ZUR EINMISCHUNG VON VISKOSITÄTSINDEX-VERBESSERERN IN GRUNDÖLE

(57) Das erfindungsgemäße Verfahren dient der Einmischung von Viskositätsindex-Verbesserern (VIV) in geeignete Grundöle. Es werden außerdem Anordnungen zur Durchführung des Verfahrens beansprucht.

Aufgabe der Erfindung ist es, Mischvorgänge von Viskositätsindex-Verbesserern in Grundöle so durchzuführen, dass eine weitere Verarbeitung der Gemische sich sofort anschließen kann. Es ist auch Aufgabe der Erfindung, eine Anordnung zur Durchführung des Verfahrens zu entwickeln.

Das erfindungsgemäße Verfahren ermöglicht in ei-

ner Verflüssigungskammer das Mischen eines Ansatzes von mindestens 70 wt% Viskositätsindex-Verbesserer in hochpastöser Form und höchstens 30 wt% Grundöl durch das Einbringen von Wärme unter Schutzgas bei Überdruck und durch einen strömungstechnischen Umlauf der flüssigen Bestandteile in einem Nebenkreislauf. Danach erfolgt die Einmischung des entstandenen gelösten Konzentrats in einen Hauptstrom von Grundöl von geeigneter Masse entsprechend einer Zielmischung. Das Verfahren wird mit entsprechenden Anordnungen realisiert.



Figur 2

Beschreibung

[0001] Das erfindungsgemäße Verfahren dient der Einmischung von Viskositätsindex-Verbesserern (VIV) in geeignete Grundöle. Es werden außerdem Anordnungen zur Durchführung des Verfahrens beansprucht.

[0002] Sogenannte Viskositätsindex-Verbesserer (VIV) aus hochmolekularen Polymeren liegen in der Regel als Granulat, hochpastöse Polymerballen (mit wenigen Masseprozenten eines Grundöls gemischt) oder als hochviskoses, aber fließfähiges Fluid (mit höherem Masseprozentanteil eines Grundöls gemischt) vor. Als typische VI-Verbesserer gelten beispielsweise Polyisobutylene, Polymethacrylate (PMA) und Olefincopolymere (OCP), insbesondere olefine Ethylen-Propylen-Copolymere.

[0003] Zielstellung der Einmischung von VIV in Grundöle ist es, den Viskositätsabfall in Mischungen bei Temperaturerhöhung zu verringern. Dies gelingt, indem die Makromoleküle bei niedrigen Temperaturen als Knäuel vorliegen, die sich bei höheren Temperaturen mehr und mehr entfalten. Zwischenmolekulare Wechselwirkungen in der Umgebung der langgestreckten Makromoleküle halten dort die viskosen Eigenschaften aufrecht. Die entstandenen Schmierstoffgemische lassen sich so über weite Temperaturbereiche einsetzen (Mehrbereichsöle) und gewährleisten auch bei höheren Temperaturen die nötige Schmierfilmdicke.

[0004] Im Allgemeinen werden, entsprechend der Zielmischung, geeignete Mengen von VIV und Grundöl (z.B. 10 wt% VIV und 90 wt% Grundöl, wobei der VIV ggf. zerkleinert wird) in einen hinreichend großen Behälter mit eingebautem Rührwerk zusammengegeben, hinreichend erwärmt und unter Umgebungsdruck und unter Anwesenheit von Sauerstoff hinreichend lange durchmischt. In Abhängigkeit von den jeweiligen Mischungspartnern können Temperaturen oberhalb von 130 °C erforderlich werden. In der Literatur wird dem Wert der Prozesstemperatur nur wenig Spielraum gelassen, da bei zu geringen Temperaturen keine vollständig homogene Mischung entsteht, oder bei zu hohen Temperaturen der Grundölanteil geschädigt wird. Es ist hilfreich, die hochviskosen Komponenten noch vor dem Einleiten in das Mischgefäß auf eine geeignete Temperatur zu erhitzen, um ihre Fließfähigkeit zu erhöhen. Entsprechend der abgesenkten Viskosität verbessert sich eine mechanische Durchmischung mittels Rührwerke. Die Temperaturen während des Mischvorgangs sollten so gewählt werden, dass eine wesentliche thermische Zersetzung oder unerwünschte chemische Reaktionen vermieden werden.

[0005] DE 2932459 C2 stellt ein Verfahren und eine Vorrichtung zur Einmischung von VIV als Granulat bzw. als Pulver in Grundöl vor. Hier wird, gegenüber der herkömmlichen Weise, in einem als Eingabeschleuse ausgebildeten Dosiertrichter, dessen Wandung ständig mit Grundöl überspült wird, das VIV-Granulat bzw. VIV-Pulver abgewogen hineingegeben und die sich ausbildende VIV-Grundöl-Mischung in einem Umlauf einer Kolloidmühle wiederkehrend zugeführt. Durch den zyklischen Mahlvorgang wird der VIV-Anteil im Grundöl besser vorgelöst und die Zeit für den Mischprozess, der sich in einem weiteren Rührwerksbehälter anschließt, deutlich reduziert. Dieses Verfahren ist jedoch für hochpastöse Viskositätsindex-Verbesserer in Ballenform ungeeignet.

[0006] CN 205127860 U offenbart einen Verarbeitungsprozess von Grundölen mit einem, vorab durch eine Grundöleinmischung, bereits verflüssigten VIV. Zunächst wird ein Teilstrom des Grundöls und der verflüssigte und deshalb ebenfalls pumpfähige VIV in einen ersten Kessel separat eingeleitet und mit einem Rührwerk vermischt. Das so mit VIV angereicherte Vorgemisch wird danach über eine Mischerstrecke in einen zweiten Kessel mit einem weiteren Teilstrom von Grundöl zusammengeführt, mit einem weiteren Rührwerk vermischt und so auf das Endgemisch verdünnt. Bei dem hier dargestellten Blending-Prozess kommt ein Schutzgas bei Überdruck zum Einsatz. Die einzelnen Komponenten, das Vor- und das Endgemisch haben hinreichend niedrige Viskosität, sodass der Mischprozess bei moderaten Temperaturen abläuft. Die Umdrehungszahlen der Rührwerksmotoren sind hinreichend niedrig, sodass keine Alterungsprozesse hinsichtlich Temperatur oder Scherung auftreten. Dieses Verfahren versagt allerdings bei noch nicht verflüssigten, hochpastösen VIV in Ballenform.

[0007] Im Anschluss an die Beimischung eines bereits verflüssigten VIV in Grundöl werden in der Regel weitere Zusätze (Additive, wie etwa Korrosionsinhibitoren, Reibungsminderer, Antioxidantien, etc.) in das Gemisch hinzugegeben, um die Schmiermitteleigenschaften deutlich zu verbessern. In EP 519760 B1 werden beispielhaft solche Öl-Zusätze und Schmiermittel mit verbesserten Eigenschaften offenbart. Bei der Herstellung der Schmiermittelzusammensetzungen werden die Öl-Zusätze in einem geeigneten Behälter unter Verwendung einer trockenen inerten Atmosphäre, unter Rühren und bei leicht erhöhten Temperaturen (bei etwa 40 °C - 60 °C und vorzugsweise nicht höher als etwa 40 °C) in das Basisöl eingebracht. Auf diese Weise lösen sich die Öl-Zusätze leichter im Öl auf und das Schmiermittel wird homogener.

[0008] In US 20080085847 A1 wird über die VIV-Verflüssigung hochpastöser Polymerballen und Granulate berichtet, dass herkömmlicherweise häufig ein Schredder oder ein Rührwerk mit hoher Umdrehungszahl und damit hoher Scherwirkung für Flüssigkeiten zum Einsatz kommt, um den Mischungsprozess zwischen VIV und Grundöl durch schnelle Vergrößerung der Phasengrenzfläche zu verkürzen. Weiterhin soll bei Temperaturen oberhalb von 100 °C eine Schutzgasatmosphäre (Stickstoff oder Kohlendioxid) verwendet werden.

[0009] Kritikpunkte an den herkömmlichen Rührwerks- und Schredderverfahren für das Einmischen von VIV als Granulate oder hochpastöse Polymerballen in Grundöle:

- 1) Durch Temperaturen oberhalb von 130 °C, bei hinreichend langer Prozessdauer und unter Anwesenheit von Sauerstoff und Luftfeuchtigkeit, wird das Grundöl irreparabel geschädigt. Oxydation und Hydrolyse verringern die Polymerkettenlänge und verändern somit die Viskositätseigenschaften negativ. Die ausgebildete Schmierfilmdicke bei bestimmten Temperaturen und bestimmter Scherung ist deutlich verringert oder kann im ungünstigsten Fall nicht mehr aufrechterhalten werden.
- 2) Zu große Scherraten, etwa durch Schreddern, bewirken eine Polymerdegradation, die ebenso die Schmierstoffeigenschaften negativ beeinträchtigen.
- 3) Energieverschwendung im Prozess und nachweisliche Alterungsprozesse im Grundöl bei der notwendig hohen Energiezufuhr unter atmosphärischen Bedingungen.

Mischanlagen mit Rührwerksbehältern von 5 m³ bis 10 m³ Volumen, werden mit Wandstärken von 30 mm betrieben, um die mechanischen Belastungen beim VIV-Schreddern und Mischen abzusichern. Die benötigte Wärmeenergie, um solche herkömmlichen Anlagen bei 130 °C zu temperieren, sowie das anschließende Herausbringen der überschüssigen Wärme aus dem System (Ölgemisch und Behälter) stellen sich als doppelt ineffizient dar. Um z.B. idealerweise eine Stahlhohlkugel als inerten Behälter von 10 m³ Volumen mit 30 mm Wandstärke von 10 °C auf 130 °C zu erwärmen, sind ca. 92 kWh nötig. Um 8000 l Grundöl ebenso zu erwärmen, benötigt man ca. 500 kWh. Das Gemisch wird üblicherweise bei 90 °C weiterverarbeitet, d.h. eine Wärmeenergie von ca. 197 kWh muss aus dem System Behälter und Ölgemisch abgeleitet werden.

Darstellung der Erfindung

[0010] Aufgabe der Erfindung ist es, ein Verfahren zur Einmischung von Viskositätsindex-Verbesserern, die als hochpastöse Polymerballen vorliegen, in Grundöle zu entwickeln. Dies ermöglicht es, die Mischungsvorgänge so durchzuführen, dass eine weitere Verarbeitung der Gemische sich sofort anschließen kann. Es ist auch Aufgabe der Erfindung, eine Anordnung zur Durchführung des Verfahrens zu entwickeln.

[0011] Die Lösung dieser Aufgabe erfolgt durch die in den Ansprüchen aufgeführten Merkmale.

[0012] Das erfindungsgemäße Verfahren ermöglicht in einer Verflüssigungskammer das Mischen eines Ansatzes von mindestens 70 wt% Viskositätsindex-Verbesserer und höchstens 30 wt% Grundöl durch das Einbringen von Wärme unter Schutzgas bei Überdruck und durch einen strömungstechnischen Umlauf der flüssigen Bestandteile in einem Nebenkreislauf. Danach erfolgt die Einmischung des entstandenen gelösten Konzentrats in einen Hauptstrom von Grundöl von geeigneter Masse entsprechend einer Zielmischung. Bei einer Verflüssigung von hochpastösen Viskositätsindex-Verbesserern treten normalerweise ungleich größere Schwierigkeiten auf, da die Viskosität hochpastöser VIV um mehrere Größenordnungen höher ausfällt als bei bereits mit Grundöl verflüssigten VIV. Es geht bei der Erfindung um einen schonenden Lösungsmechanismus, bei dem nur die unbedingt notwendige Wärme in VIV und Grundöl eingebracht wird, und bei dem das Schutzgas mit Überdruck ein Ausgasen wichtiger Bestandteile, wie etwa von Ethylen und Propylen aus den olefinen Copolymeren, verhindert. Im Falle der OCP sorgen gerade gebundenes Ethylen- und Propylen für eine erhöhte Mischbarkeit mit Grundölen.

[0013] Das erfindungsgemäße Verfahren erfolgt nach den Schritten:

- a) Befüllen eines Kessels mit Grundöl (dies erfolgt unter atmosphärischen Bedingungen und Labortemperatur) danach Schutzgasspülen eines Gasraums des Kessels durch abwechselndes Erzeugen eines Grobvakuum mittels einer Absaugvorrichtung und Auffüllen des Gasraums mit Schutzgas mittels einer Schutzgaszufuhr;
- b) Befüllen einer von einem Hauptkreislauf abgesperrten Verflüssigungskammer mit einer definierten Masse eines Viskositätsindex-Verbesserers, beispielsweise in Form eines Polymerballens, und einer definierten Masse an Grundöl entsprechend der Zusammensetzung eines angestrebten Konzentrats unter atmosphärischen Bedingungen und Labortemperatur;
- c) mehrfaches Schutzgasspülen aus einem Gasraum der Verflüssigungskammer durch abwechselndes Erzeugen eines Grobvakuum mittels einer Absaugvorrichtung und Auffüllen des Gasraums mit Schutzgas mittels einer Schutzgaszufuhr;
- d) anschließendes Befüllen des Gasraums der Verflüssigungskammer mit Schutzgas bis zu einem definierten Überdruck;
- e) Verflüssigen des Viskositätsindex-Verbesserers in der Verflüssigungskammer und gleichzeitiges Überspülen mit dem in die Verflüssigungskammer eingebrachten Grundöl in einem ständigen Umlauf des Grundöls über einen Nebenkreislauf bei einer Temperatur oberhalb einer Löslichkeitstemperatur bis das angestrebte Konzentrat erreicht ist;
- f) Einmischung des Konzentrats in das Grundöl aus dem Kessel über den Hauptkreislauf bis eine Zielmischung erreicht ist;
- g) Rückführung der Anordnung auf Normaldruck ohne Sauerstoffzufuhr und Entgasung der Zielmischung im Kessel

durch Applizierung eines geeigneten Grobvakuums.

[0014] Das gelöste Konzentrat (m_1) besteht aus mindestens 70 wt% Viskositätsindex-Verbesserer und höchstens 30 wt% Grundöl.

[0015] Wesentlich ist eine Kombination einer scherungsarmen Verflüssigung mittels kontrollierter, regelbarer Erwärmung der Stoffe und eines geeigneten Schutzgases, wie beispielsweise Stickstoff oder Butan oder Kohlendioxid. Die Temperatur wird zwischen 90 °C und 100 °C gewählt und der definierte Überdruck in der Verflüssigungskammer wird zwischen 100 mbar und 50 bar geeignet gewählt, um Ausgasungen während des Einmischens von Viskositätsindex-Verbesserer in das Grundöl zu verhindern. Für weitere Ausführungen wird der Überdruck bevorzugt kleiner 24 bar gewählt, noch mehr bevorzugt beträgt der Überdruck kleiner 10 bar. Durch den definierten Überdruck werden Ausgasungen während des Einmischens von Viskositätsindex-Verbesserer in Grundöl verhindert und die Löslichkeitszeit minimiert. Der Überdruck im Kessel ist in diesem Ausführungsbeispiel kleiner gleich dem halben Überdruck in der Verflüssigungskammer.

[0016] Die erfindungsgemäße Anordnung zur Durchführung des Verfahrens zur Einmischung von Viskositätsindex-Verbesserern in Grundöle zur Herstellung einer Zielmischung besteht aus einem Kessel für ein Grundöl und einer Verflüssigungskammer für einen Viskositätsindex-Verbesserer. Dazu sind ein Hauptkreislauf und ein Nebenkreislauf für eine separate Konditionierung von Mischungspartnern der Zielmischung angeordnet. Der Hauptkreislauf ist für eine Befüllung und Konditionierung des Grundöls und der Nebenkreislauf für eine Verflüssigung und Konditionierung eines Konzentrats aus Viskositätsindex-Verbesserer und Grundöl angeordnet.

[0017] Für ein Ausführungsbeispiel verbindet der Hauptkreislauf über eine Haupt-Leitung den Kessel, mindestens eine Pumpe, mindestens eine Heizung und mehrere statische Mischer in Reihe miteinander. Die Verflüssigungskammer ist über eine Stich-Leitung mit dem Hauptkreislauf und über eine Neben-Leitung mit dem Nebenkreislauf, welcher über eine Pumpe zurück in die Verflüssigungskammer führt, verbunden. Eine erste Absaugvorrichtung ist mit der Verflüssigungskammer und eine zweite Absaugvorrichtung mit dem Kessel verbunden, wobei die Absaugvorrichtungen über eine gemeinsame Vakuumpumpe betrieben werden. Eine erste Schutzgaszufuhr ist mit der Verflüssigungskammer und eine zweite Schutzgaszufuhr mit dem Kessel verbunden, wobei die Schutzgaszuführungen mit einem gemeinsamen Schutzgasdruckbehälter verbunden sind.

[0018] Die erste Absaugvorrichtung der Verflüssigungskammer ist durch die Vakuumpumpe, eine Absaugleitung, einen Dreiwegehahn und eine Verbindung zur Verflüssigungskammer definiert und die zweite Absaugvorrichtung des Kessels ist durch die Vakuumpumpe, eine weitere Absaugleitung, einen Dreiwegehahn und eine Verbindung zum Kessel definiert.

[0019] Die erste Schutzgaszufuhr der Verflüssigungskammer erfolgt über den Schutzgasdruckbehälter, mehrere Leitungsabschnitte einer Schutzgasleitung, ein Dosierventil, einen Dreiwegehahn und einer Verbindung zur Verflüssigungskammer und die zweite Schutzgaszufuhr des Kessels erfolgt über den Schutzgasdruckbehälter, mehrere Leitungsabschnitte einer Schutzgasleitung, ein Dosierventil, einen Dreiwegehahn und eine Verbindung zum Kessel.

[0020] Die Pumpen der Anordnung sind in diesem Ausführungsbeispiel scherungsarme Drehkolbenpumpen; andere mögliche Pumpen sind allerdings nicht ausgeschlossen. Die Heizung ist in diesem Ausführungsbeispiel ein Einschraubheizkörper, wobei auch andere Heizungen vorstellbar sind.

[0021] Für ein Ausführungsbeispiel endet die Haupt-Leitung im Kessel in einem Tauchstutzen mit frei drehbarem Endstück. Für ein weiteres Ausführungsbeispiel endet die Haupt-Leitung im Kessel in einer Mischdüse.

[0022] Die Stich-Leitung unterhalb der Verflüssigungskammer mündet in die Haupt-Leitung und in eine Venturidüse, die nahe der Verbindungsstelle zur Haupt-Leitung in der Stich-Leitung angeordnet ist.

[0023] In der Verflüssigungskammer ist ein Schmelzrost angeordnet, wobei die Neben-Leitung oberhalb desselben in die Verflüssigungskammer mündet.

[0024] Die Haupt-Leitung, die Neben-Leitung, die Stich-Leitung und der Kessel sind wärmeisoliert.

[0025] Aufgrund der Verwendung von Schutzgasen bei Überdruck, insbesondere von Stickstoff, kommt es zur Herabsenkung der Löslichkeitstemperatur für die Mischung von Viskositätsindex-Verbesserern mit Grundölen. Damit können auch die Ausgangstemperaturen der Mischungspartner herabgesetzt und ca. 50 % bis 60 % der elektrischen Energie zur thermischen Konditionierung der Stoffe eingespart werden. Unter den Bedingungen von Schutzgas bei Überdruck und geringerer Temperatur werden die sonst beobachteten Ausgasungen von Ethylen und Propylen, die Bestandteile von VIV auf Basis olefiner Copolymere sind, vermieden, und so die Mischbarkeit mit Grundöl aufrechterhalten.

[0026] Neben den verbesserten Löslichkeitseigenschaften der VIV-Makromoleküle werden durch die Verwendung von Schutzgasen, auch bei der Konditionierung des Grundöls, Alterungsprozesse, wie Oxydation und Hydrolyse bei den Mischungspartnern vermieden.

Ausführung der Erfindung

[0027] Die Erfindung wird anhand eines Ausführungsbeispiels näher erläutert. Hierzu zeigen

- Figur 1 Löslichkeitstemperatur ϑ_L eines hochpastösen Viskositätsindex-Verbesserers auf Basis olefiner Copolymere in einem Grundöl in Abhängigkeit des Viskositätsindex-Verbesserer-Anteils der Mischung,
- Figur 2 die erfindungsgemäße Vorrichtung zur Einmischung von Viskositätsindex-Verbesserern in geeignete Grundöle und
- 5 Figur 3 die erfindungsgemäße Vorrichtung zur Einmischung von Viskositätsindex-Verbesserern in geeignete Grundöle in einer weiteren Ausführungsform.

[0028] Figur 1 zeigt ein Diagramm, in dem die Abhängigkeit der Löslichkeitstemperatur ϑ_L einer Mischung aus x wt% eines Viskositätsindex-Verbesserers auf Olefincopolymere-Basis (OCP-Basis) und 100 wt%-x wt% eines Grundöls bei variierendem VIV-Anteil unter atmosphärischen Bedingungen im Wärmeschrank (Verlauf mit Kreisen und Strichpunktlinienzug) und unter N_2 -Atmosphäre und bei Überdruck (bei ca. 5 bar mit Stern, bei ca. 9 bar mit Diamant gekennzeichnet) dargestellt wird. Beim Überschreiten der Löslichkeitstemperatur ϑ_L unter beschriebenen Druck- und Schutzgasbedingungen liegt eine homogene Mischung vor.

[0029] Es wurden Untersuchungen im Labor zu Wärmeschrankversuchen durchgeführt, in denen Mischungen zwischen Viskositätsindex-Verbesserern (VIV) auf OCP-Basis und Grundöl mit 4 wt% VIV-Anteil bis 70 wt% VIV-Anteil unter Normaldruck hergestellt wurden. Unter atmosphärischen Bedingungen kam es beim Mischungsvorgang proportional zum VIV-Anteil zu Ausgasungen von Ethylen und Propylen, die in den olefinen Copolymeren des eingesetzten VIV aber gerade die Mischbarkeit mit dem Grundöl verbessern helfen sollen. Die gebildete Gasphase führte zur Abkühlung des Flüssigkeitsgemisches, was eine Viskositätssteigerung und Verschlechterung der Mischungsbedingungen nach sich zog. Die Löslichkeitstemperatur ϑ_L stieg mit anwachsendem VIV-Anteil in der Mischung stark an. Bei Mischungen mit 8 wt% VIV-Anteil lag die Löslichkeitstemperatur ϑ_L bei 145 °C, bei Mischungen mit einem VIV-Anteil oberhalb von 20 wt% lag die Löslichkeitstemperatur ϑ_L bei 185 °C (Figur 1, Verlauf mit Kreisen und Strichpunktlinienzug).

[0030] Die erfindungsgemäße Anordnung (Figur 2) zur Einmischung von Viskositätsindex-Verbesserern in geeignete Grundöle verhindert diese Nebenwirkungen. Eine weitere Ausführungsform wird in Figur 3 gezeigt.

[0031] Die scherungsarme, ohne Beteiligung von Sauerstoff und Feuchtigkeit funktionierende Mischungsanlage besteht aus einem Hauptkreislauf I und einem Nebenkreislauf II zur separaten Konditionierung der Mischungspartner.

[0032] Die Anordnung besteht aus einem Kessel 7, welcher unter atmosphärischen Bedingungen geöffnet werden kann und zunächst mit dem Grundöl befüllt wird. In der Haupt-Leitung 14 sind für den Umlauf des Grundöls eine Pumpe 10, beispielsweise eine scherungsarme Drehkolbenpumpe, und eine Heizung 9, beispielsweise ein Einschraubheizkörper, angeordnet. In der Haupt-Leitung 14 befinden sich im regelmäßigen Abstand zueinander statische Mischer 11, die den Mischungsvorgang unterstützen. Über die Haupt-Leitung 14 wird der Hauptkreislauf I vom Kessel 7 über die Pumpe 10 wieder zum Kessel 7 geführt. Die Haupt-Leitung 14 endet im Kessel 7 in einem Tauchstutzen 12 mit frei drehbarem Endstück zur Unterstützung der Verteilung des einströmenden Fluids in den Kessel 7. Das drehbar gelagerte Endstück des Tauchstutzens 12 wird über den Einstrom in den Kessel 7 in Drehung versetzt und realisiert eine spiralförmige Vermischung des aus der Hauptleitung einströmenden Gemisches mit der Flüssigkeit im Kessel 7. Über eine Stich-Leitung 16 erfolgt eine Einmischung eines gelösten Konzentrats m_1 , mindestens 70 wt% Viskositätsindex-Verbesserer und höchstens 30 wt% Grundöl, aus dem Nebenkreislauf II in das Grundöl, welches die Haupt-Leitung 14 des Hauptkreislaufes I durchströmt. Eine Verflüssigungskammer 1, welche der Verflüssigung von VIV-Ballen dient, ist an ihrem unteren Ende über die Stich-Leitung 16, in welcher eine Venturidüse 6 angeordnet ist, und über ein Absperr- und Dosierventil 5 mit der Haupt-Leitung 14 verbunden. Eine Neben-Leitung 15 zweigt unterhalb der Verflüssigungskammer 1 von der Stich-Leitung 16 ab und führt über eine weitere Pumpe 4, welche in diesem Ausführungsbeispiel ebenso eine Drehkolbenpumpe ist, zurück in die Verflüssigungskammer 1 oberhalb eines Schmelzrostes 3, welcher in der Verflüssigungskammer 1 angeordnet ist. Die Neben-Leitung 15 bildet zusammen mit der Stich-Leitung 16 den Nebenkreislauf II (mit einer Strichlinie umrandet). Die Pfeile an Haupt-Leitung 14, Neben-Leitung 15 und Stich-Leitung 16, horizontal bzw. vertikal, geben die Flussrichtung der Fluide in Hauptkreislauf I und Nebenkreislauf II an. Sämtliche Leitungsabschnitte und der Kessel 7 sind wärmeisoliert.

[0033] Die Verflüssigung von VIV-Ballen in der Verflüssigungskammer 1 erfolgt durch Beheizung auf einem Schmelzrost 3. Der Schmelzrost 3 hat eine Rostauflage mit einem Dreiecksquerschnitt und dient einer inhomogenen Temperaturfelderzeugung, wodurch das Konzentrat m_1 auf eine mittlere Temperatur T_{m1} während der Konditionierungsphase erwärmt wird. Entsprechend des zu erzeugenden Konzentrats m_1 in der Konditionierungsphase wird der Schmelzrost 3, mit den aufgelegten VIV-Ballen, ständig mit dem eingebrachten Grundöl überspült. Die Pumpe 4 sorgt für einen Umlauf der flüssigen Bestandteile bei der Verflüssigung des Konzentrats m_1 im Nebenkreislauf II.

[0034] Für eine Schutzgasspülung und Schutzgasbefüllung sind folgende Anlagenteile entsprechend angeordnet. Eine Vakuumpumpe 21 bildet zusammen mit einer Absaugleitung 22, einem Dreiwegehahn 23 und einer Verbindung zur Verflüssigungskammer 1 eine erste Absaugvorrichtung 2a der Verflüssigungskammer 1. Die zweite Absaugvorrichtung 2b des Kessels 7 wird durch die Vakuumpumpe 21, eine Absaugleitung 24, einen Dreiwegehahn 25 und durch eine Verbindung zum Kessel 7 definiert. Die erste Schutzgaszufuhr 8a der Verflüssigungskammer 1 erfolgt über einen Schutzgasdruckbehälter 81, eine Schutzgasleitung 821 und eine Schutzgasleitung 823, ein Dosierventil 822, den Drei-

wegehahn 23 und die Verbindung zur Verflüssigungskammer 1. Die zweite Schutzgaszufuhr 8b des Kessels 7 erfolgt über den Schutzgasdruckbehälter 81, eine Schutzgasleitung 831 und eine Schutzgasleitung 833, ein Dosierventil 832, den Dreiwegehahn 25 und die Verbindung zum Kessel 7. Die Pfeile, horizontal bzw. vertikal, geben die Flussrichtung des Schutzgases im Absaug- und Befüllungsmodus an.

[0035] Die Verflüssigungskammer 1 ist somit über die Absaugvorrichtung 2a und die Schutzgaszufuhr 8a und der Kessel 7 über die Absaugvorrichtung 2b und Schutzgaszufuhr 8b mit dem Schutzgasdruckbehälter 81 verbunden. Die Absaugvorrichtungen 2a, 2b und die Schutzgaszuführungen 8a, 8b dienen neben der Schutzgasspülung und der Schutzgasbefüllung des Gasraums der Verflüssigungskammer 1 bzw. des Kessels 7 auch der Einstellung eines geeigneten, definierten Überdrucks, wobei der Überdruck in der Verflüssigungskammer 1 mit p_{m1} bezeichnet wird und der Überdruck im Kessel 7 mit p_2 .

[0036] Mit den Absaugvorrichtungen 2a, 2b und den Schutzgaszuführungen 8a, 8b erfolgt die Drucksteuerung der Mischanlage, welche die Absenkung der Löslichkeitstemperatur für Konzentrat m_1 und Zielmischung m_2 bewirkt. Thermisch induzierte Alterungsprozesse werden ausgeschlossen und gleichzeitig 50 % bis 60 % thermische Energie gegenüber atmosphärisch betriebenen Mischanlagen eingespart.

[0037] Das Absperr- und Dosierventil 5 des Nebenkreislaufs II bleibt bei Befüllung und während der Konditionierungsphase geschlossen und wird erst beim Mischprozess zwischen dem Konzentrat m_1 und dem Grundöl in der Weise geöffnet, dass der Teilstrom des Konzentrats m_1 aus dem Nebenkreislauf II zum Hauptstrom des Grundöls aus dem Hauptkreislauf I höchstens stöchiometrisch, entsprechend der Zielmischung m_2 , eingestellt wird.

[0038] In der Stich-Leitung 16 ist nahe der Verbindungsstelle zur Haupt-Leitung 14 eine Veturidüse 6 angeordnet. Mit der Veturidüse 6 wird zur Einmischung des Konzentrats m_1 aus dem Nebenkreislauf II in das Grundöl, welches den Hauptkreislauf I durchströmt, an der Stelle des Zusammentreffens der Stich-Leitung 16 mit der Haupt-Leitung 14 der Teilstrom des Nebenkreislaufs II in den Teilstrom des Hauptkreislaufs I hineingesaugt.

[0039] In der Haupt-Leitung 14 zwischen der Pumpe 10 und der Verbindungsstelle zur Stich-Leitung 16 ist ein Einschraubheizkörper 9 zur Erwärmung des Grundöls auf eine mittlere Temperatur T_2 von 60 °C bis 90 °C während der Konditionierungsphase angeordnet.

[0040] In der Stich-Leitung 16, zwischen der Verflüssigungskammer 1 und dem Abzweig zur Neben-Leitung 15 befindet sich ein Schauglas und in der Verflüssigungskammer 1 selbst ist ebenfalls ein Schauglas angeordnet. Beide Schaugläser dienen der Kontrolle der Schlierenfreiheit des Konzentrats m_1 und der Kontrolle des Stofftransport aus der Verflüssigungskammer 1.

[0041] Figur 3 zeigt die erfindungsgemäße Vorrichtung zur Einmischung von Viskositätsindex-Verbesserern in geeignete Grundöle in einer weiteren Ausführungsform. Gegenüber Figur 2 ist der Tauchstutzen 12 durch eine Mischdüse 13 ersetzt. Die aus der Haupt-Leitung 14 über die Mischdüse 13 in den Kessel 7 einströmende Flüssigkeit saugt gleichzeitig über seitliche Öffnungen der Mischdüse 13, nach dem Ejektor-Prinzip, Flüssigkeit aus dem Kessel 7 in die Mischdüse 13 ein und vermischt beide Flüssigkeitsströme in der Mischdüse 13 zu einem Flüssigkeitsfreistrah, der aus der Mischdüse 13 unterhalb des Flüssigkeitsspiegels im Kessel 7 austritt.

Konditionierung des Konzentrats m_1 im Nebenkreislauf II:

[0042] Die vom Hauptkreislauf I abgesperrte Verflüssigungskammer 1 wird entsprechend der Zusammensetzung des angestrebten Konzentrats m_1 aus mindestens 70 wt% Viskositätsindex-Verbesserer und höchstens 30 wt% Grundöl mit einer geeigneten Masse an Grundöl und einer geeigneten Anzahl von 25 kg-Ballen des Viskositätsindex-Verbesserers (makromolekulare Copolymere) unter atmosphärischen Bedingungen und Labortemperatur bestückt und verschlossen. Zunächst wird im Gasraum der Verflüssigungskammer 1 über die Absaugvorrichtung 2a ein Grobvakuum erzeugt. Dann wird der Gasraum der Verflüssigungskammer 1 über die Schutzgaszufuhr 8a mit Schutzgas aufgefüllt. Dieser Vorgang einer Schutzgasspülung wird mehrfach wiederholt. Im Anschluss erfolgt die Befüllung des Gasraums der Verflüssigungskammer 1 mit Schutzgas, bis zu einem definierten Überdruck p_{m1} . Der Überdruck p_{m1} in der Verflüssigungskammer 1 kann zwischen 100 mbar und 50 bar betragen. Für das Ausführungsbeispiel beträgt der Überdruck p_{m1} bevorzugt weniger als 24 bar, wobei er im konkreten Fall kleiner als 10 bar beträgt. Die über den beheizten Schmelzrost 3 abgelegten VIV-Ballen werden durch den ständigen Umlauf des eingebrachten Grundöls über die Pumpe 4 im Nebenkreislauf II überspült. Während der Konditionierungsphase lösen sich mehr und mehr verflüssigte Bestandteile aus den VIV-Ballen, bis der Ansatz als Konzentrat m_1 bei einer Temperatur T_{m1} oberhalb der Löslichkeitstemperatur (beispielsweise ca. 100 °C bzw. 337 K bei 9 bar Überdruck) vorliegt. Zur visuellen Kontrolle des Transports eines schlierenfreien Konzentrats m_1 aus der Verflüssigungskammer 1 sind die eingebauten Schaugläser aus Borosilikatglas vorgesehen.

Konditionierung des Grundöls im Hauptkreislauf I:

[0043] Zur gleichen Zeit wird eine, entsprechend der Zielmischung m_2 bei Raumtemperatur geeignete Masse Grundöl in den Kessel 7 gefüllt. Über dem darüber befindlichen Gasraum im Kessel 7 wird ebenfalls mehrfach im Wechsel mittels

der Absaugvorrichtung 2b ein Grobvakuum erzeugt und danach über die Schutzgaszufuhr 8b mit Schutzgas aufgefüllt. Im Anschluss an die Schutzgasspülung wird der Gasraum des Kessels 7 mit Schutzgas bis auf einen Überdruck p_2 von $p_2 < p_{m1}$ aufgefüllt. Schließlich wird das Grundöl durch die Pumpe 10 über den Hauptkreislauf I gefördert und mittels einer Heizung 9 temperaturgeregelt auf die Temperatur T_2 (von ca. 90 °C bzw. 363 K) erwärmt. Das Grundöl aus dem Kessel 7 passiert die in regelmäßigen Abständen in der Haupt-Leitung 14 des Hauptkreislaufs I eingebrachten statischen Mischer 11 und gelangt schließlich über den Tauchstutzen 12 zurück in den Kessel 7.

[0044] Während in der Verflüssigungskammer 1 des Nebenkreislaufs II das Schutzgas mit einem Überdruck p_{m1} verwendet wird, erfolgt im Kessel 7 des Hauptkreislaufs II die Applizierung des Schutzgases mit einem geringeren Überdruck p_2 . Die statische Druckdifferenz $p_{m1}-p_2$ verteilt sich im Wesentlichen als fluidmechanischer Energieverlust über die im Hauptkreislauf I in regelmäßigen Abständen angebrachten statischen Mischer 11. Die in der Haupt-Leitung 14 angebrachten statischen Mischer 11 sorgen für eine scherungsarme Durchmischung des Fluidstroms durch Erzeugung von Drall und Querkomponenten im Geschwindigkeitsfeld. Scherungsinduzierte Alterungsprozesse werden vermieden.

Einmischung des Konzentrats in den Hauptstrom des Grundöls:

[0045] Sind beide Mischungspartner (Konzentrat m_1 in der Verflüssigungskammer 1 des Nebenkreislaufs II und Grundöl im Kessel 7 des Hauptkreislaufs I) konditioniert, erfolgt der Mischungsprozess. Das Absperr- und Dosierventil 5 der Verflüssigungskammer 1 wird geöffnet, sodass der Teilstrom des Konzentrats in geeigneter Weise mit dem Hauptstrom des Grundöls über die Venturidüse 6 zusammengeführt wird. Dabei sind der Druck p_{m1} in der Verflüssigungskammer 1, der Druck p_2 ($p_{m1} > p_2$) im Kessel 7 sowie der Förderdruck p_p der Pumpe 10 im Hauptkreislauf I, vor dem Zusammenfließen der Teilstrome, so gewählt, dass zum einen der Ausstrom des Konzentrats m_1 aus der Verflüssigungskammer 1 gewährleistet ist, und zum anderen die Druckdifferenz $p_{m1}-p_2$ über den Druckabfall des Gesamtstroms bei einer Mischungstemperatur T_m über die statischen Mischer 11 realisiert wird. Zur lokalen Absenkung des statischen Druckes des Teilstroms aus der Verflüssigungskammer 1 und um einen Ansaugeffekt in den Hauptstrom zu erzeugen, befindet sich aus dem Nebenkreislauf II kommend und in den Hauptkreislauf I hineinragend die Venturidüse 6 mit abgeschrägtem Düsenende in der Hauptstromrichtung.

[0046] Um die Masseströme $\dot{M}_2, \dot{M}_{m1}, \dot{M}_m$ aus Haupt- und Nebenstrom zu quantifizieren, sind die Volumenströme $\dot{V}_2, \dot{V}_m$ vor und nach dem Zusammenfließen zu messen. Mit Hilfe der vorher bestimmten temperaturabhängigen Dichten und spezifischen Wärmekapazitäten der Mischungspartner $\rho_2(T_2), \rho_{m1}(T_{m1}), c_{p,2}(T_2), c_{p,m1}(T_{m1})$ sind neben den Masseströmen ($\dot{M}_{m1} = \rho(T_m)_m \dot{V}_m - \rho(T_2)_2 \dot{V}_2$) ebenso die Enthalpieströme $\dot{H}_2 = \rho_2(T_2) \dot{V}_2 c_{p,2}(T_2) T_2, \dot{H}_{m1} = \rho_{m1}(T_{m1}) \dot{V}_{m1} c_{p,m1}(T_{m1}) T_{m1}$ bestimmbar. Hierbei werden etwaige Wärmeströme zwischen Rohrleitung und Flüssigkeiten nach der Konditionierungsphase ebenso vernachlässigt wie Verlustterme durch Abstrahlung. Anhand der Enthalpiestrombilanz vor und nach dem Mischungsvorgang lässt sich die Mischungstemperatur abschätzen:

$$\dot{H}_{m1} + \dot{H}_2 = \dot{H}_m \quad (1)$$

nach Konditionierung und während des Mischungsvorgangs sei $p_{m1} \approx p_p$ und mithin gilt $\dot{V}_{m1} + \dot{V}_2 = \dot{V}_m$; daraus folgt für die Mischungstemperatur T_m , welche oberhalb der Löslichkeitstemperatur des VIV liegen muss:

$$T_m \cong \frac{\rho_{m1}(T_{m1}) \dot{V}_{m1} c_{p,m1}(T_{m1})}{\rho_m(T_m) \dot{V}_m c_{p,m}(T_m)} T_{m1} + \frac{\rho_2(T_2) \dot{V}_2 c_{p,2}(T_2)}{\rho_m(T_m) \dot{V}_m c_{p,m}(T_m)} T_2 \quad (2)$$

Rückführung des Systems auf Normaldruck und Entgasung der Zielmischung m_2 :

[0047] Am Ende des Mischungsvorganges liegt die Zielmischung m_2 im Kessel 7 (respektive Haupt-Leitung 14) unter dem Überdruck p_2 mit $p_2 = p_{m2} \approx p_{m1}$ und der Mischungstemperatur T_m mit $T_m = T_{m2}$ vor. Es erfolgt die vorsichtige Rückführung des Systems auf Normaldruck, jedoch ohne Sauerstoffzuführung. Aufgrund der deutlich geringeren Viskosität der Zielmischung m_2 bei der Mischungstemperatur T_m gegenüber dem Konzentrat gelingt die Entgasung des zusätzlich gelösten Schutzgases innerhalb kürzester Zeit. Um etwaige überschüssige, nicht mehr an die olefinen Copolymere des eingemischten Viskositätsindex-Verbesserers gebundene Ethylen- oder Propylenmolekülbestandteile ebenfalls auszu-dampfen, ist optional ein Grobvakuum applizierbar (z.B. $p_2 \approx -0,5$ bar). Hierzu kann die Absaugvorrichtung 2b eingesetzt werden.

[0048] Druckreaktorversuche, in denen dieselben Mischungspartner wie bei den atmosphärischen Löslichkeitsversuchen im gleichen Mischungsverhältnis, aber unter Schutzgas bei Überdruck zusammengeführt und in Lösung gebracht

wurden, ergaben dagegen auch noch bei 70 wt% VIV-Anteil eine Löslichkeitstemperatur ϑ_L von nur ca. 100 °C (Figur 1, Sterne und Diamant) Diese Druckreaktorversuche zeigen somit ein Energieeinsparpotential von mindestens 50 %, verglichen mit herkömmlichen Mischanlagen mit Rührwerken und Schreddern.

[0049] Im erfindungsgemäßen Verfahren erfolgen die Mischungsvorgänge bei einer Temperatur (ca. 100 °C), bei welcher eine weitere Verarbeitung der Gemische sich sofort anschließen kann, ohne überschüssige Wärmeenergie abführen zu müssen.

Bezugszeichen

[0050]

- I Hauptkreislauf
- II Nebenkreislauf
- 1 Verflüssigungskammer
- 2a erste Absaugvorrichtung
 - 21 Vakuumpumpe
 - 22 Absaugleitung
 - 23 Dreiwegehahn
- 2b zweite Absaugvorrichtung
 - 24 Absaugleitung
 - 25 Dreiwegehahn
- 3 Schmelzrost
- 4 Pumpe in der Neben-Leitung 15
- 5 Dosierventil
- 6 Venturidüse
- 7 Kessel
- 8a erste Schutzgaszufuhr
 - 81 Schutzgasdruckbehälter
 - 821 Schutzgasleitung
 - 822 Dosierventil
 - 823 Schutzgasleitung
- 8b zweite Schutzgaszufuhr
 - 831 Schutzgasleitung
 - 832 Dosierventil
 - 833 Schutzgasleitung
- 9 Heizung
- 10 Pumpe in der Haupt-Leitung 14
- 11 Mischer
- 12 Tauchstutzen
- 13 Mischdüse
- 14 Haupt-Leitung
- 15 Neben-Leitung
- 16 Stich-Leitung
- ϑ_L Löslichkeitstemperatur einer Mischung aus einem Ansatz von x wt% eines Viskositätsindex-Verbesserer-Anteils und von (100 wt%-x wt%) eines Grundöls bei variierendem VIV-Anteil unter atmosphärische Bedingungen im Wärmeschränk
- m_1 Konzentrat aus mindestens 70 wt% Viskositätsindex-Verbesserer und höchstens 30 wt% Grundöl
- m_2 Zielmischung
- T_{m1} mittlere Temperatur des Konzentrats m_1 während der Konditionierungsphase
- T_{m2} Mischungstemperatur der Zielmischung m_2 im Kessel 7
- T_m Mischungstemperatur des Gesamtstroms
- T_2 mittlere Temperatur des Grundöls
- p_{m1} Überdruck in der Verflüssigungskammer 1
- p_m Überdruck an der Messstelle der Mischungstemperatur T_m des Gesamtstroms
- p_2 Überdruck im Kessel 7
- p_P Förderdruck der Pumpe 10
- $\dot{M}_2$ Massestrom aus dem Kessel 7, im Hauptstrom, zwischen Kessel und Abzweig zur Stich-Leitung 16

$\dot{M}_m$	Gesamtmassestrom nach dem Zusammenfließen der Teilströme aus Kessel 7 und Verflüssigungskammer 1
$\dot{M}_{m1}$	Massestrom aus der Verflüssigungskammer 1, über die Stich-Leitung 16 in den Hauptstrom, mit $\dot{M}_{m1} = \dot{M}_m - \dot{M}_2$
$\dot{V}_2$	Volumenstrom aus dem Kessel 7, im Hauptstrom, zwischen Kessel und Abzweig zur Stich-Leitung 16
$\dot{V}_m$	Gesamt volumenstrom nach dem Zusammenfließen der Teilströme aus Kessel 7 und Verflüssigungskammer 1
$\dot{V}_{m1}$	Volumenstrom aus der Verflüssigungskammer 1, über die Stich-Leitung 16 in den Hauptstrom, mit $\dot{V}_{m1} = \dot{V}_m - \dot{V}_2$
$\dot{H}_2$	Enthalpiestrom aus dem Kessel 7, im Hauptstrom, zwischen Kessel und Abzweig zur Stich-Leitung 16
$\dot{H}_{m1}$	Enthalpiestrom aus der Verflüssigungskammer 1, über die Stich-Leitung 16 in den Hauptstrom

Patentansprüche

1. Verfahren zur Einmischung von Viskositätsindex-Verbesserern (VIV) in Grundöle in einer Anordnung zur Einmischung von Viskositätsindex-Verbesserern in Grundöle mit den Schritten:

- Befüllen eines Kessels (7) mit Grundöl und mehrfaches Schutzgasspülen eines Gasraums des Kessels (7) durch abwechselndes Erzeugen eines Grobvakuum mittels einer Absaugvorrichtung (2b) und Auffüllen des Gasraums mit Schutzgas mittels einer Schutzgaszufuhr (8b);
- Befüllen einer von einem Hauptkreislauf (I) abgesperrten Verflüssigungskammer (1) mit einer definierten Masse eines Viskositätsindex-Verbesserers und einer definierten Masse an Grundöl entsprechend der Zusammensetzung eines angestrebten Konzentrats (m_1) unter atmosphärischen Bedingungen und Labortemperatur;
- mehrfaches Schutzgasspülen aus einem Gasraum der Verflüssigungskammer (1) durch abwechselndes Erzeugen eines Grobvakuum mittels einer Absaugvorrichtung (2a) und Auffüllen des Gasraums mit Schutzgas mittels einer Schutzgaszufuhr (8a);
- anschließendes Befüllen des Gasraums der Verflüssigungskammer (1) mit Schutzgas bis zu einem definierten Überdruck (p_{m1});
- Verflüssigen des Viskositätsindex-Verbesserers in der Verflüssigungskammer (1) und gleichzeitiges Überspülen mit dem in die Verflüssigungskammer (1) eingebrachten Grundöl in einem ständigen Umlauf des Grundöls über einem Nebenkreislauf (II) bei einer Temperatur (T_{m1}) oberhalb einer Löslichkeitstemperatur bis das angestrebte Konzentrat (m_1) erreicht ist;
- Einmischung des Konzentrats (m_1) in das Grundöl aus dem Kessel (7) über den Hauptkreislauf (I) bis eine Zielmischung (m_2) erreicht ist,
- Rückführung der Anordnung auf Normaldruck ohne Sauerstoffzufuhr und Entgasung der Zielmischung (m_2) im Kessel (7) durch Applizierung eines geeigneten Grobvakuum.

2. Verfahren nach Anspruch 1 **dadurch gekennzeichnet, dass** das gelöste Konzentrat (m_1) aus mindestens 70 wt% Viskositätsindex-Verbesserer und höchstens 30 wt% Grundöl besteht.

3. Verfahren nach Anspruch 1 **dadurch gekennzeichnet, dass** als Schutzgas Stickstoff oder Butan oder Kohlendioxid verwendet wird.

4. Verfahren nach Anspruch 1 **dadurch gekennzeichnet, dass** die Temperatur (T_{m1}) des Konzentrats in der Verflüssigungskammer unter 120 °C liegt und dass der Überdruck (p_{m1}) in der Verflüssigungskammer (1) zwischen 100 mbar und 50 bar, bevorzugt kleiner 24 bar, noch mehr bevorzugt kleiner 10 bar beträgt, dass die Temperatur (T_{m2}) der Zielmischung im Kessel weniger als 100 °C beträgt und dass der Überdruck (p_2) im Kessel $p_2 \leq p_{m1}/2$ beträgt.

5. Anordnung zur Durchführung des Verfahrens zur Einmischung von Viskositätsindex-Verbesserern in Grundöle bestehend aus einem Kessel (7) für ein Grundöl und einer Verflüssigungskammer (1) für einen Viskositätsindex-Verbesserer zur Herstellung einer Zielmischung (m_2), **dadurch gekennzeichnet, dass** ein Hauptkreislauf (I) und ein Nebenkreislauf (II) für eine separate Konditionierung von Mischungspartnern der Zielmischung (m_2) angeordnet ist.

6. Anordnung nach Anspruch 5 **dadurch gekennzeichnet, dass** der Hauptkreislauf (I) für eine Befüllung und Konditionierung des Grundöls und der Nebenkreislauf (II) für eine Verflüssigung und Konditionierung eines Konzentrats (m_1) aus Viskositätsindex-Verbesserer und Grundöl angeordnet ist.

7. Anordnung nach Anspruch 5 oder 6 **dadurch gekennzeichnet**,
dass der Hauptkreislauf (I) den Kessel (7) über eine Haupt-Leitung (14), in welcher mindestens eine Pumpe (10), mindestens eine Heizung (9) und mehrere statische Mischer (11) angeordnet sind, mit sich selbst verbindet, dass die Verflüssigungskammer (1) über eine Stich-Leitung (16) mit dem Hauptkreislauf (I) und über eine Neben-Leitung (15) mit dem Nebenkreislauf (II), welcher über eine Pumpe (4) zurück in die Verflüssigungskammer (1) führt, verbunden ist, und
dass eine erste Absaugvorrichtung (2a) mit der Verflüssigungskammer (1) und eine zweite Absaugvorrichtung (2b) mit dem Kessel (7) verbunden sind, wobei die Absaugvorrichtungen (2a, 2b) über eine gemeinsame Vakuumpumpe (21) betrieben werden, und
dass eine erste Schutzgaszufuhr (8a) mit der Verflüssigungskammer (1) und eine zweite Schutzgaszufuhr (8b) mit dem Kessel (7) verbunden sind, wobei die Schutzgaszuführungen (8a, 8b) mit einem gemeinsamen Schutzgasdruckbehälter (81) verbunden sind.
8. Anordnung nach Anspruch 7 **dadurch gekennzeichnet, dass** die erste Absaugvorrichtung (2a) der Verflüssigungskammer (1) durch die Vakuumpumpe (21), eine Absaugleitung (22), einen Dreiwegehahn (23) und eine Verbindung zur Verflüssigungskammer (1) und die zweite Absaugvorrichtung (2b) des Kessels (7) durch die Vakuumpumpe (21), eine Absaugleitung (24), einen Dreiwegehahn (25) und eine Verbindung zum Kessel (7) definiert sind.
9. Anordnung nach Anspruch 7 **dadurch gekennzeichnet, dass** die erste Schutzgaszufuhr (8a) der Verflüssigungskammer (1) über den Schutzgasdruckbehälter (81), eine Schutzgasleitung (821) und eine Schutzgasleitung (823), ein Dosierventil (822), einen Dreiwegehahn (23) und einer Verbindung zur Verflüssigungskammer (1) erfolgt und die zweite Schutzgaszufuhr (8b) des Kessels (7) über den Schutzgasdruckbehälter (81), eine Schutzgasleitung (831) und eine Schutzgasleitung (833), ein Dosierventil (832), einen Dreiwegehahn (25) und eine Verbindung zum Kessel (7) erfolgt.
10. Anordnung nach einem der vorhergehenden Ansprüche 7 bis 9 **dadurch gekennzeichnet, dass** die Pumpen (4; 10) scherungsarme Drehkolbenpumpen sind.
11. Anordnung nach einem der vorhergehenden Ansprüche 7 bis 9 **dadurch gekennzeichnet, dass** die Heizung (9) ein Einschraubheizkörper ist.
12. Anordnung nach einem der vorhergehenden Ansprüche 7 bis 9 **dadurch gekennzeichnet, dass** die Haupt-Leitung (14) im Kessel (7) in einem Tauchstutzen (12) mit frei drehbarem Endstück oder in einer Mischdüse (13) endet.
13. Anordnung nach einem der vorhergehenden Ansprüche 7 bis 9 **dadurch gekennzeichnet, dass** die Stich-Leitung (16) unterhalb der Verflüssigungskammer (1) in die Haupt-Leitung (14) mündet und dass nahe der Verbindungsstelle zur Haupt-Leitung (14) in der Stich-Leitung (16) eine Venturidüse (6) angeordnet ist.
14. Anordnung nach einem der vorhergehenden Ansprüche 7 bis 13 **dadurch gekennzeichnet, dass** in der Verflüssigungskammer (1) ein Schmelzrost (3) angeordnet ist und die Neben-Leitung (15) oberhalb desselben in die Verflüssigungskammer (1) mündet.
15. Anordnung nach einem der vorhergehenden Ansprüche 7 bis 14 **dadurch gekennzeichnet, dass** die Haupt-Leitung (14), die Neben-Leitung (15) und die Stich-Leitung (16) und der Kessel (7) wärmeisoliert sind.

Geänderte Patentansprüche gemäß Regel 137(2) EPÜ.

1. Verfahren zur Einmischung von Viskositätsindex-Verbesserern (VIV) in Grundöle in einer Anordnung zur Einmischung von Viskositätsindex-Verbesserern in Grundöle mit den Schritten:
 - a) Befüllen eines Kessels (7) mit Grundöl und mehrfaches Schutzgasspülen eines Gasraums des Kessels (7) durch abwechselndes Erzeugen eines Grobvakuums mittels einer Absaugvorrichtung (2b) und Auffüllen des Gasraums mit Schutzgas mittels einer Schutzgaszufuhr (8b);
 - b) Befüllen einer von einem Hauptkreislauf (I) abgesperrten Verflüssigungskammer (1) mit einer definierten

Masse eines Viskositätsindex-Verbesserers und einer definierten Masse an Grundöl entsprechend der Zusammensetzung eines angestrebten Konzentrats (m_1) unter atmosphärischen Bedingungen und Labortemperatur;
 c) mehrfaches Schutzgasspülen aus einem Gasraum der Verflüssigungskammer (1) durch abwechselndes Erzeugen eines Grobvakuums mittels einer Absaugvorrichtung (2a) und Auffüllen des Gasraums mit Schutzgas mittels einer Schutzgaszufuhr (8a);
 d) anschließendes Befüllen des Gasraums der Verflüssigungskammer (1) mit Schutzgas bis zu einem definierten Überdruck (p_{m1});
 e) Verflüssigen des Viskositätsindex-Verbesserers in der Verflüssigungskammer (1) und gleichzeitiges Überspülen mit dem in die Verflüssigungskammer (1) eingebrachten Grundöl in einem ständigen Umlauf des Grundöls über einen Nebenkreislauf (II) durch das Einbringen von Wärme bei einer Temperatur (T_{m1}) oberhalb einer Löslichkeitstemperatur bis das angestrebte Konzentrat (m_1) erreicht ist;
 f) Einmischung des Konzentrats (m_1) in das Grundöl aus dem Kessel (7) über den Hauptkreislauf (I) bis eine Zielmischung (m_2) erreicht ist,
 g) Rückführung der Anordnung auf Normaldruck ohne Sauerstoffzufuhr und Entgasung der Zielmischung (m_2) im Kessel (7) durch Applizierung eines geeigneten Grobvakuums.

2. Verfahren nach Anspruch 1 **dadurch gekennzeichnet, dass**

das gelöste Konzentrat (m_1) aus mindestens 70 wt% Viskositätsindex-Verbesserer und höchstens 30 wt% Grundöl besteht.

3. Verfahren nach Anspruch 1 **dadurch gekennzeichnet, dass**

als Schutzgas Stickstoff oder Butan oder Kohlendioxid verwendet wird.

4. Verfahren nach Anspruch 1 **dadurch gekennzeichnet, dass**

die Temperatur (T_{m1}) des Konzentrats in der Verflüssigungskammer (1) unter 120 °C liegt und dass der Überdruck (p_{m1}) in der Verflüssigungskammer (1) zwischen 100 mbar und 50 bar, bevorzugt kleiner 24 bar, noch mehr bevorzugt kleiner 10 bar beträgt, dass die Temperatur (T_{m2}) der Zielmischung im Kessel (7) weniger als 100 °C beträgt und dass der Überdruck (p_2) im Kessel (7) $p_2 \leq p_{m1}/2$ beträgt.

5. Anordnung zur Durchführung des Verfahrens gemäß der Ansprüche 1 bis 4 zur Einmischung von Viskositätsindex-Verbesserern in Grundöle bestehend aus einem Kessel (7) für ein Grundöl und einer Verflüssigungskammer (1) für einen Viskositätsindex-Verbesserer zur Herstellung einer Zielmischung (m_2), **dadurch gekennzeichnet, dass** ein Hauptkreislauf (I), welcher den Kessel (7) enthält, und ein Nebenkreislauf (II), welcher die Verflüssigungskammer (1) enthält, für eine separate Konditionierung von Mischungspartnern der Zielmischung (m_2) angeordnet ist.

6. Anordnung nach Anspruch 5 **dadurch gekennzeichnet, dass**

der Hauptkreislauf (I) für eine Befüllung und Konditionierung mit Grundöl und der Nebenkreislauf (II) für eine Verflüssigung und Konditionierung mit einem Konzentrat (m_1) aus Viskositätsindex-Verbesserer und Grundöl angeordnet ist.

7. Anordnung nach Anspruch 5 oder 6 **dadurch gekennzeichnet,**

dass der Hauptkreislauf (I) den Kessel (7) über eine Haupt-Leitung (14), in welcher mindestens eine Pumpe (10), mindestens eine Heizung (9) und mehrere statische Mischer (11) angeordnet sind, mit sich selbst verbindet, dass die Verflüssigungskammer (1) über eine Stich-Leitung (16) mit dem Hauptkreislauf (I) und über eine Neben-Leitung (15) mit dem Nebenkreislauf (II), welcher über eine Pumpe (4) zurück in die Verflüssigungskammer (1) führt, verbunden ist, und

dass eine erste Absaugvorrichtung (2a) mit der Verflüssigungskammer (1) und eine zweite Absaugvorrichtung (2b) mit dem Kessel (7) verbunden sind, wobei die Absaugvorrichtungen (2a, 2b) über eine gemeinsame Vakuumpumpe (21) betrieben werden, und

dass eine erste Schutzgaszufuhr (8a) mit der Verflüssigungskammer (1) und eine zweite Schutzgaszufuhr (8b) mit dem Kessel (7) verbunden sind, wobei die Schutzgaszuführungen (8a, 8b) mit einem gemeinsamen Schutzgasdruckbehälter (81) verbunden sind.

8. Anordnung nach Anspruch 7 **dadurch gekennzeichnet, dass**

die erste Absaugvorrichtung (2a) der Verflüssigungskammer (1) durch die Vakuumpumpe (21), eine Absaugleitung (22), einen Dreiwegehahn (23) und eine Verbindung zur Verflüssigungskammer (1) und die zweite Absaugvorrichtung (2b) des Kessels (7) durch die Vakuumpumpe (21), eine Absaugleitung (24), einen Dreiwegehahn (25) und eine Verbindung zum Kessel (7) definiert sind.

9. Anordnung nach Anspruch 7 **dadurch gekennzeichnet, dass**

die erste Schutzgaszufuhr (8a) der Verflüssigungskammer (1) über den Schutzgasdruckbehälter (81), eine Schutzgasleitung (821) und eine Schutzgasleitung (823), ein Dosierventil (822), einen Dreiwegehahn (23) und einer Verbindung zur Verflüssigungskammer (1) erfolgt und

die zweite Schutzgaszufuhr (8b) des Kessels (7) über den Schutzgasdruckbehälter (81), eine Schutzgasleitung (831) und eine Schutzgasleitung (833), ein Dosierventil (832), einen Dreiwegehahn (25) und eine Verbindung zum Kessel (7) erfolgt.

10. Anordnung nach einem der vorhergehenden Ansprüche 7 bis 9 **dadurch gekennzeichnet, dass**

die Pumpen (4; 10) scherungsarme Drehkolbenpumpen sind.

11. Anordnung nach einem der vorhergehenden Ansprüche 7 bis 9 **dadurch gekennzeichnet, dass**

die Heizung (9) ein Einschraubheizkörper ist.

12. Anordnung nach einem der vorhergehenden Ansprüche 7 bis 9 **dadurch gekennzeichnet, dass**

die Haupt-Leitung (14) im Kessel (7) in einem Tauchstutzen (12) mit frei drehbarem Endstück oder in einer Mischdüse (13) endet.

13. Anordnung nach einem der vorhergehenden Ansprüche 7 bis 9 **dadurch gekennzeichnet, dass**

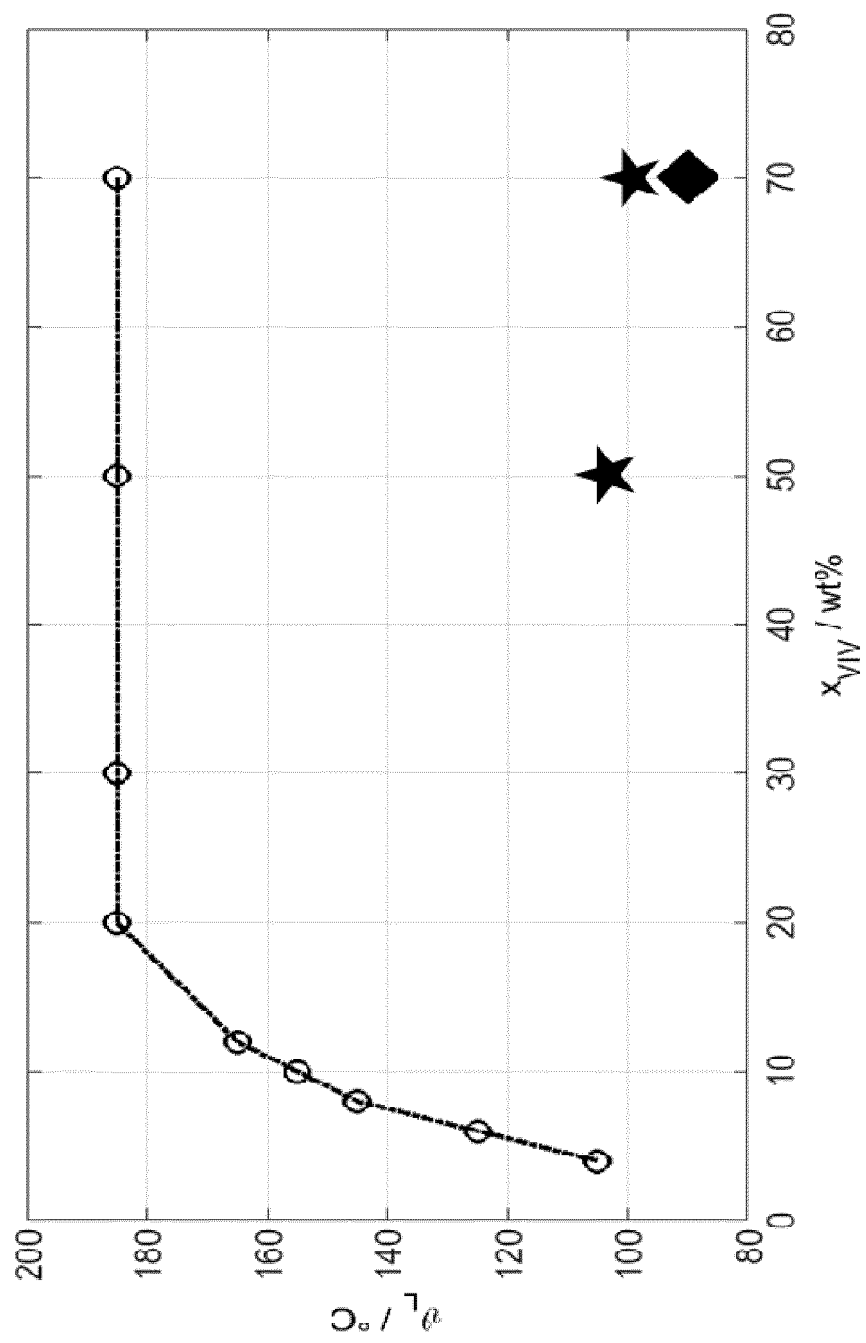
die Stich-Leitung (16) unterhalb der Verflüssigungskammer (1) in die Haupt-Leitung (14) mündet und dass nahe der Verbindungsstelle zur Haupt-Leitung (14) in der Stich-Leitung (16) eine Venturidüse (6) angeordnet ist.

14. Anordnung nach einem der vorhergehenden Ansprüche 7 bis 13 **dadurch gekennzeichnet, dass**

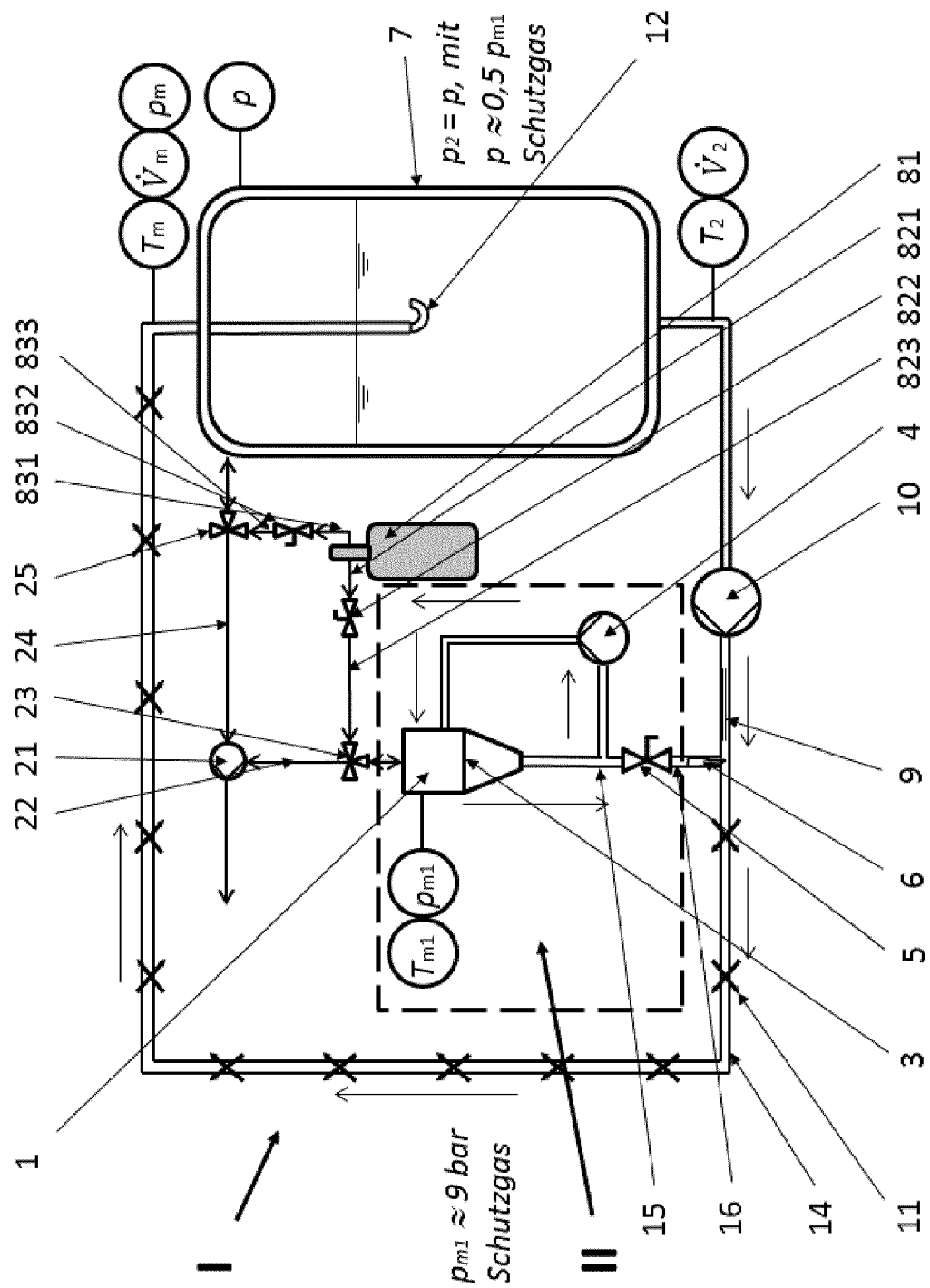
in der Verflüssigungskammer (1) ein Schmelzrost (3) angeordnet ist und die Neben-Leitung (15) oberhalb desselben in die Verflüssigungskammer (1) mündet.

15. Anordnung nach einem der vorhergehenden Ansprüche 7 bis 14 **dadurch gekennzeichnet, dass**

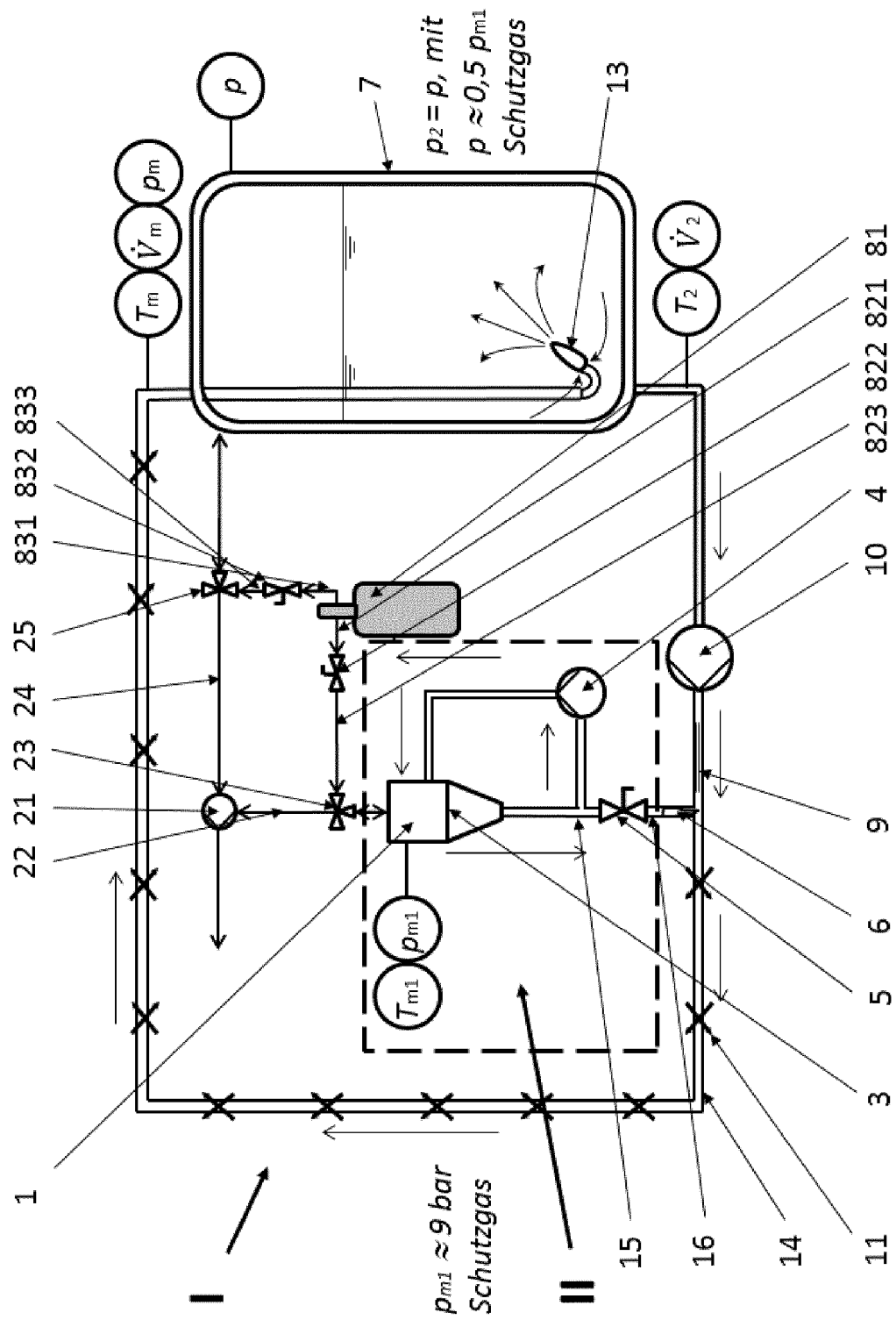
die Haupt-Leitung (14), die Neben-Leitung (15) und die Stich-Leitung (16) und der Kessel (7) wärmeisoliert sind.



Figur 1



Figur 2



Figur 3



EUROPÄISCHER RECHERCHENBERICHT

 Nummer der Anmeldung
 EP 17 17 6937

5

10

15

20

25

30

35

40

45

50

55

EINSCHLÄGIGE DOKUMENTE			
Kategorie	Kennzeichnung des Dokuments mit Angabe, soweit erforderlich, der maßgeblichen Teile	Betrifft Anspruch	KLASSIFIKATION DER ANMELDUNG (IPC)
A,D	DE 29 32 459 C2 (MOBIL OIL DEUTSCHLAND) 31. Oktober 1985 (1985-10-31) * Seiten 3,6; Ansprüche 1-4; Abbildung 1 * -----	1-15	INV. C10M177/00 B01F5/10 B01F3/12
A	EP 0 729 780 A2 (DRAISWERKE GMBH [DE]) 4. September 1996 (1996-09-04) * Zusammenfassung * -----	1-15	ADD. C10N30/02 C10N70/00
A	US 4 464 493 A (JOFFRION RALPH K [US]) 7. August 1984 (1984-08-07) * Zusammenfassung * -----	1-15	
A	US 3 951 901 A (BLUEMEL HARALD ET AL) 20. April 1976 (1976-04-20) * Anspruch 1; Beispiel 1 * -----	1-15	
A	WO 2015/023212 A1 (MEDIANSKII SERGEY SERGEEVICH [RU]) 19. Februar 2015 (2015-02-19) * Zusammenfassung * -----	1-15	
			RECHERCHIERTE SACHGEBIETE (IPC)
			C10M C10N B01F
Der vorliegende Recherchenbericht wurde für alle Patentansprüche erstellt			
Recherchenort München		Abschlußdatum der Recherche 8. August 2017	Prüfer Greß, Tobias
KATEGORIE DER GENANNTEN DOKUMENTE X : von besonderer Bedeutung allein betrachtet Y : von besonderer Bedeutung in Verbindung mit einer anderen Veröffentlichung derselben Kategorie A : technologischer Hintergrund O : mündliche Offenbarung P : Zwischenliteratur		T : der Erfindung zugrunde liegende Theorien oder Grundsätze E : älteres Patentdokument, das jedoch erst am oder nach dem Anmeldedatum veröffentlicht worden ist D : in der Anmeldung angeführtes Dokument L : aus anderen Gründen angeführtes Dokument & : Mitglied der gleichen Patentfamilie, übereinstimmendes Dokument	

EPO FORM 1503 03.82 (P04C03)

**ANHANG ZUM EUROPÄISCHEN RECHERCHENBERICHT
 ÜBER DIE EUROPÄISCHE PATENTANMELDUNG NR.**

EP 17 17 6937

5 In diesem Anhang sind die Mitglieder der Patentfamilien der im obengenannten europäischen Recherchenbericht angeführten Patentdokumente angegeben.
 Die Angaben über die Familienmitglieder entsprechen dem Stand der Datei des Europäischen Patentamts am
 Diese Angaben dienen nur zur Unterrichtung und erfolgen ohne Gewähr.

08-08-2017

Im Recherchenbericht angeführtes Patentdokument	Datum der Veröffentlichung	Mitglied(er) der Patentfamilie	Datum der Veröffentlichung
DE 2932459 C2	31-10-1985	KEINE	
EP 0729780 A2	04-09-1996	CN 1142411 A	12-02-1997
		DE 19507366 A1	05-09-1996
		EP 0729780 A2	04-09-1996
		IN 187138 B	09-02-2002
		JP H08266880 A	15-10-1996
		KR 100414878 B1	03-04-2004
		US 5634715 A	03-06-1997
US 4464493 A	07-08-1984	KEINE	
US 3951901 A	20-04-1976	DE 2309039 A1	12-09-1974
		FR 2219175 A1	20-09-1974
		GB 1450648 A	22-09-1976
		IT 1008928 B	30-11-1976
		JP S49117541 A	09-11-1974
		US 3951901 A	20-04-1976
WO 2015023212 A1	19-02-2015	KEINE	

EPO FORM P0461

Für nähere Einzelheiten zu diesem Anhang : siehe Amtsblatt des Europäischen Patentamts, Nr.12/82

IN DER BESCHREIBUNG AUFGEFÜHRTE DOKUMENTE

Diese Liste der vom Anmelder aufgeführten Dokumente wurde ausschließlich zur Information des Lesers aufgenommen und ist nicht Bestandteil des europäischen Patentdokumentes. Sie wurde mit größter Sorgfalt zusammengestellt; das EPA übernimmt jedoch keinerlei Haftung für etwaige Fehler oder Auslassungen.

In der Beschreibung aufgeführte Patentdokumente

- DE 2932459 C2 [0005]
- CN 205127860 U [0006]
- EP 519760 B1 [0007]
- US 20080085847 A1 [0008]