ProProRoh

Vollsynthese maßgeschneiderter, bioabbaubarer und hydrolysebeständiger Industrieschmierstoffe

Projektlaufzeit: April 2019 – April 2023

Gefördert vom

Bundesministerium
für Ernährung
und Landwirtschaft

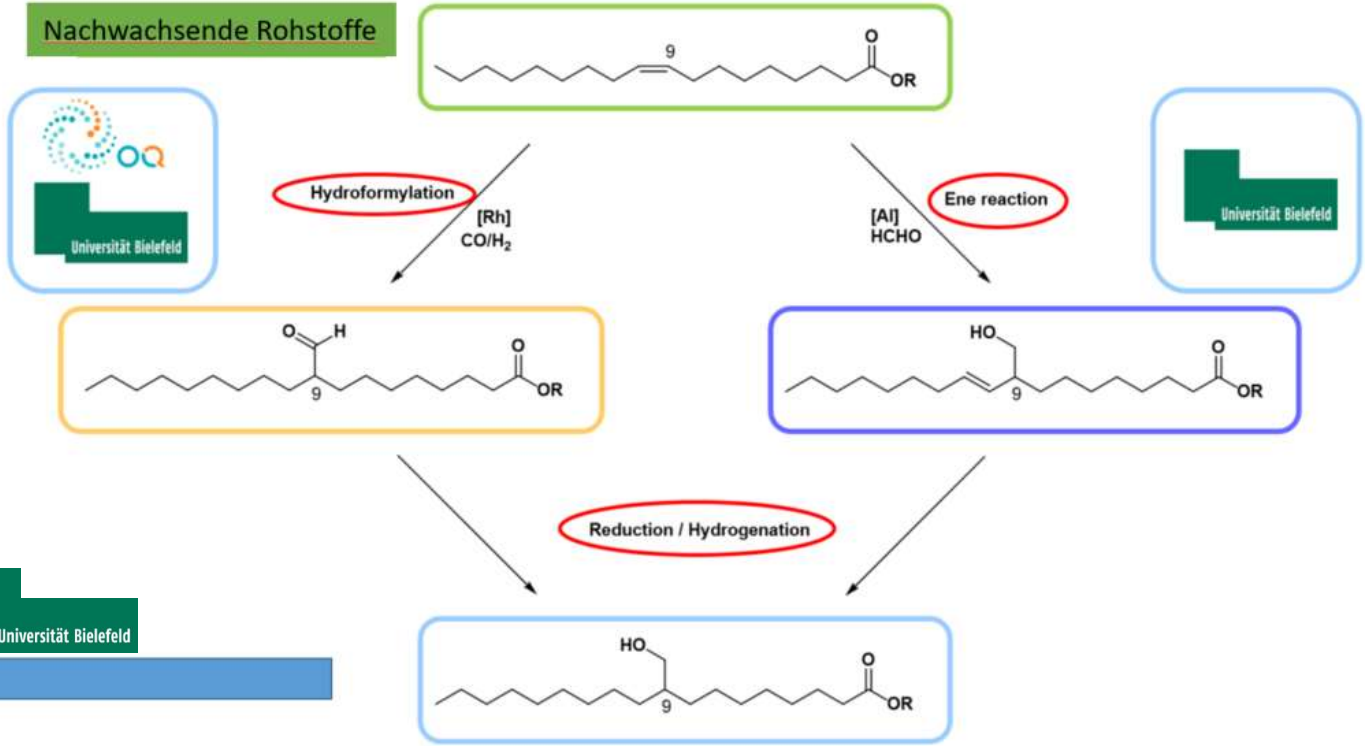
ProProRoh Überblick

Sonnenblumenöl

Ester-Grundöl für Schmierstoffe

Veresterung

Nachwachsende Rohstoffe



Kooperationspartner und Aufgaben

ProProRoh

Konsortium

Aufgaben:

- *Aufbau einer Substanzbibliothek*
- *Synthese von neuartigen Estern basierend auf dem neuen Building Block*
- *Performance-Test in ausgewählten Schmierstoffformulierungen*
- *Bewertung der Performance (Rheologie, Toxikologie, Anwendungen, Ökonomie)*
- *Scale up – Pilotmuster (Schmierstoffe)*
- *Nachhaltigkeitsbewertung*

Aufgaben:

- *Prozessentwicklung und – optimierung/En-Reaktion*
- *Produktentwicklung*
- *Scale up – kg Labormuster*
- *Nachhaltigkeitsbewertung*
- *Aufbau einer Substanzbibliothek*

Aufgaben:

- *Prozessentwicklung und – optimierung/ Hydroformylierung und Reduktion*
- *Scale up – Pilotmuster (neuer Building Block/Ester)*
- *Ökonomische Bewertung der Hydroformylierung*
- *Nachhaltigkeitsbewertung*

OQ Chemicals

Rohstoffe

Ethylen
Propylen
Buten
Höhere Olefine,
+ biobasierte Produkte

Hydroformylierung

Synthese-gas

Oxo Intermediates

Aldehyde
Alkohole
Ester
Polyole

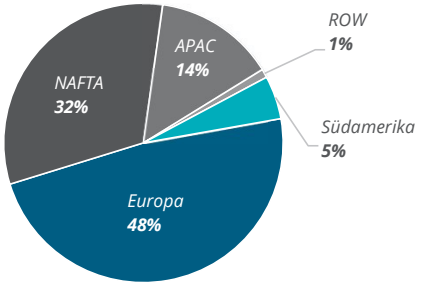
Weitere Umsetzung

Oxo Performance Chemicals

- Höhere Aldehyde und Spezialderivate
- Carbonsäuren
- Spezialester
- Amine

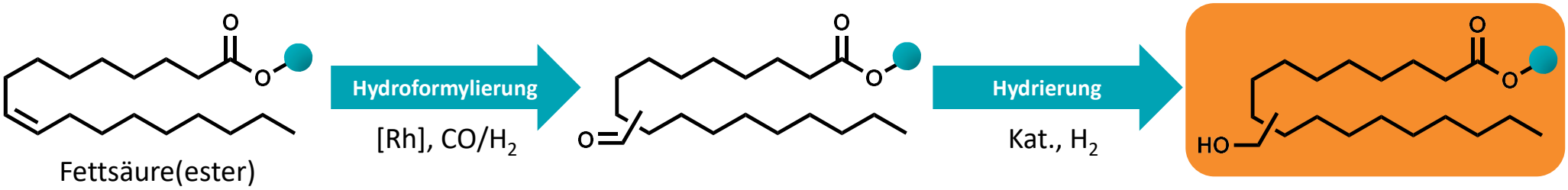
OQ Chemicals Produkte finden sich in vielen Dingen des täglichen Lebens

Umsatz nach Regionen



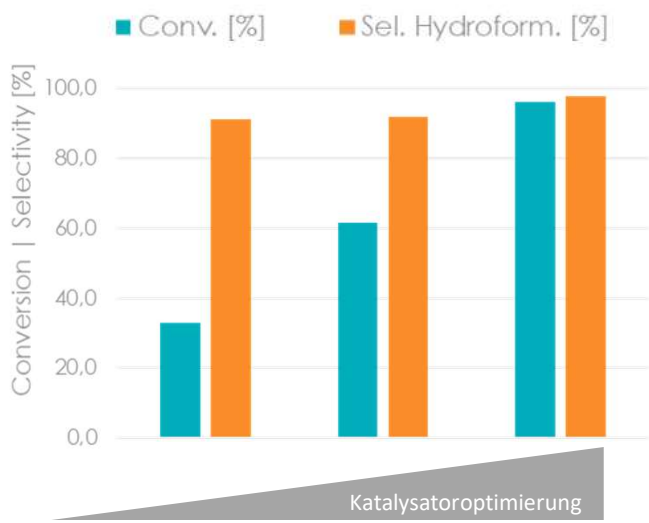
Dr. Benjamin Schieweck
Technology Center, OQ Chemicals

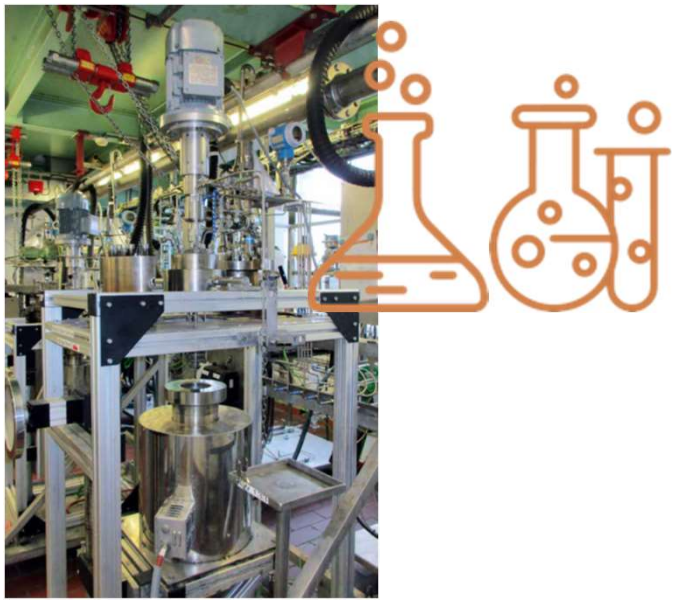
OQ Chemicals



I

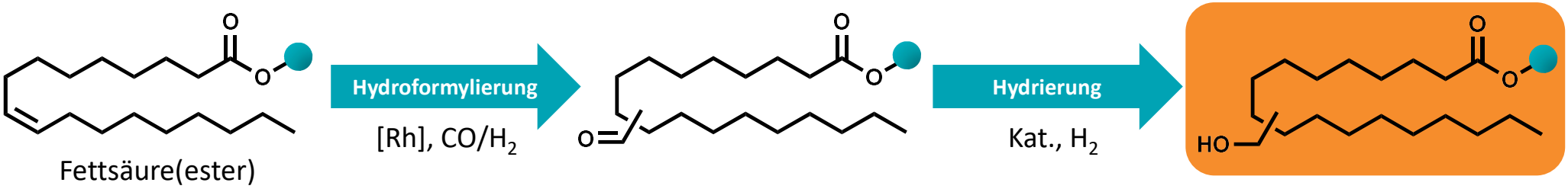
- Machbarkeit
- Optimierung im Labormaßstab (Batch-Verfahren)
- Übertragbarkeit auf ähnliche Edukte





Dr. Benjamin Schieweck
Technology Center, OQ Chemicals

OQ Chemicals

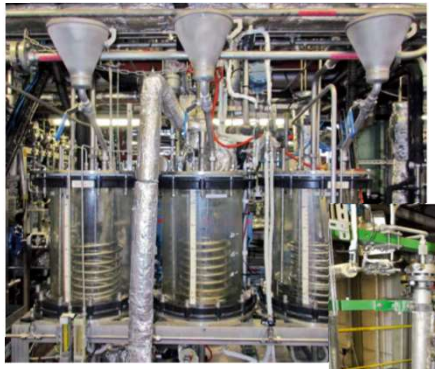


I

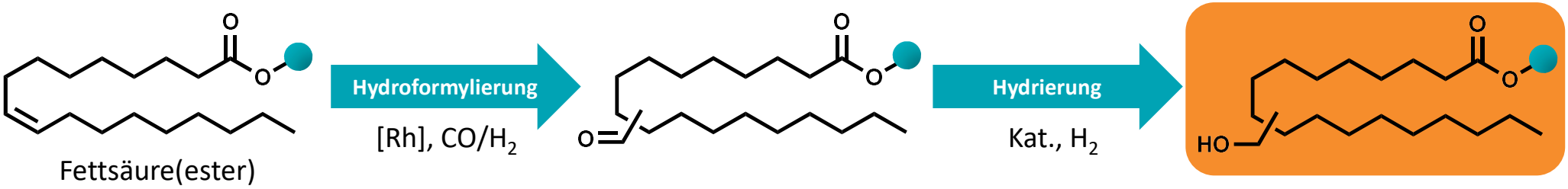
- Machbarkeit
- Optimierung im Labormaßstab (Batch-Verfahren)
- Übertragbarkeit auf ähnliche Edukte

II

- Scale up, Technikum
- Kontinuierliches Verfahren: Rührkessel → Strömungsrohr
- Vergleich mit OQ-Produkt
- Herstellung größerer Mustermengen



OQ Chemicals



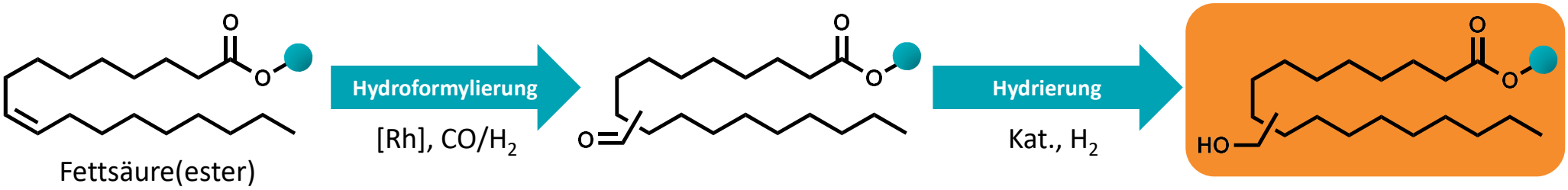
I

- Machbarkeit
- Optimierung im Labormaßstab (Batch-Verfahren)
- Übertragbarkeit auf ähnliche Edukte

III

- Ökonomische Evaluierung
- Rh sowie biobasierter Rohstoff als preis-treibender Faktor identifiziert
  → Katalysator-Recycling

OQ Chemicals



I

- Machbarkeit
- Optimierung im Labormaßstab (Batch-Verfahren)
- Übertragbarkeit auf ähnliche Edukte

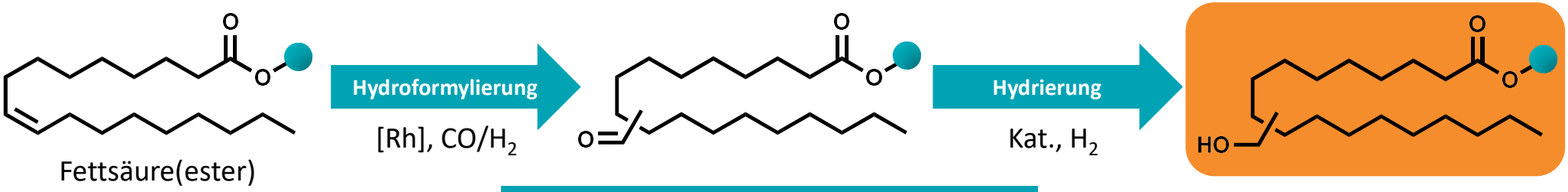
II

- Scale up, Technikum
- Kontinuierliches Verfahren: Rührkessel → Strömungsrohr
- Vergleich mit OQ-Produkt
- Herstellung größerer Mustermengen

III

- Ökonomische Evaluierung
- Rh sowie biobasierter Rohstoff als preis-treibender Faktor identifiziert
  → Katalysator-Recycling

OQ Chemicals



I

- Machbarkeit
- Optimierung im Labormaßstab (Batch-Verfahren)
- Übertragbarkeit auf ähnliche Edukte

IV

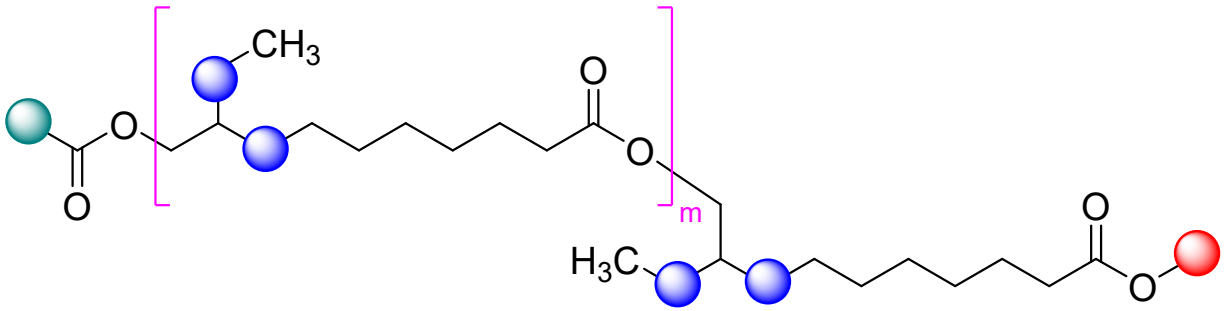
III

- Ökonomische Evaluierung
- Rh sowie biobasierter Rohstoff als preis-treibender Faktor identifiziert
  → Katalysator-Recycling

Universität Bielefeld

ProProRoh

Allgemeine Struktur der neuartigen modularen Schmierstoffklasse:

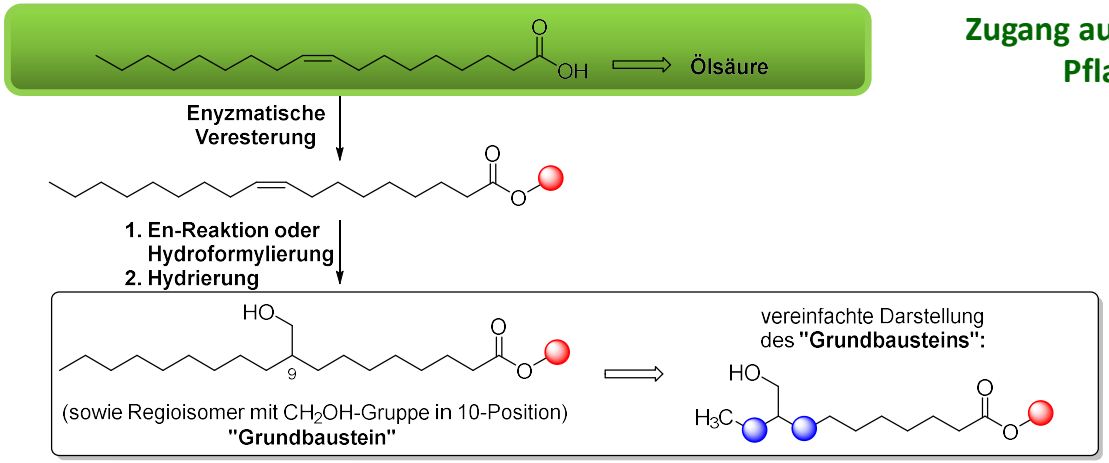


modularer Charakter durch:

- = Alkyl-/Alkenyl-Einheit
- m = "repititive Einheit"
- = (subst.) Alkyl-Rest
- = (subst.) Alkyl-Rest

Universität Bielefeld

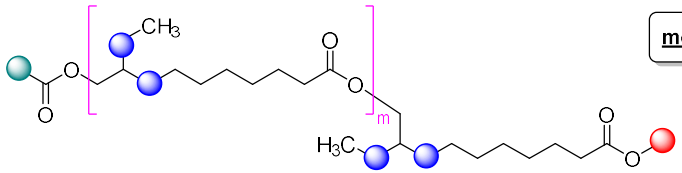
Gesamtsynthesekonzept:



Zugang aus heimischem Pflanzenöl

Selektiver Katalysator
Maßgeschneiderte Einstellung definierter Kettenlängen; Vermeidung nachträglicher Spaltung bei Veresterung; Ökonomisches & sanftes Herstellverfahren

Allgemeine Struktur der **neuartigen modularen Schmierstoffklasse:**



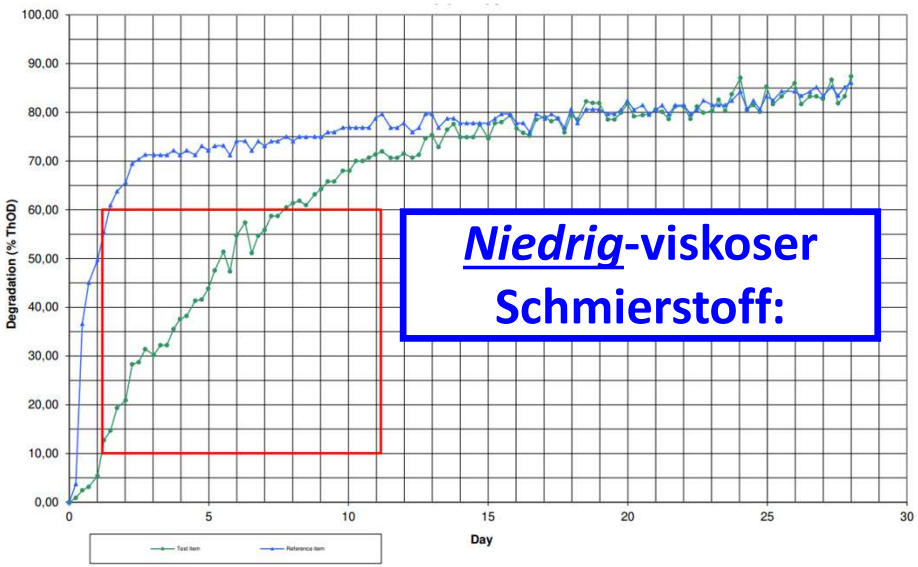
modularer Charakter durch:
- = Alkyl-/Alkenyl-Einheit
- m = "repititive Einheit"
- = (subst.) Alkyl-Rest
- = (subst.) Alkyl-Rest

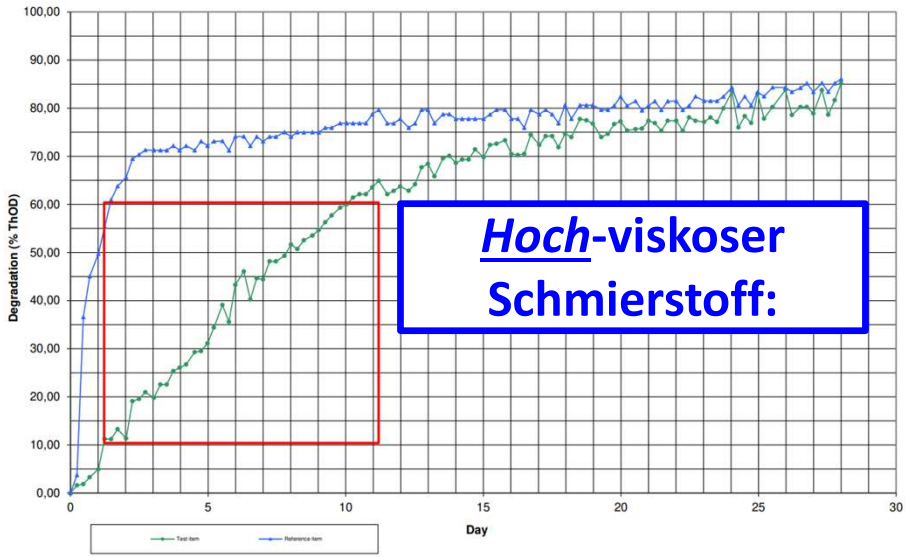
L. Koch, A. Guntermann, K. Hirschbichler, C. Plass, T. Betke, L. Ma. T. Kilthau, H. Gröger, *Green Chemistry* **2023**, angenommen zur Veröffentlichung.

Universität Bielefeld

Untersuchung der Bioabbaubarkeit:

Abbau im "*closed-bottle test*" gemäß OECD-Richtlinie 301 F



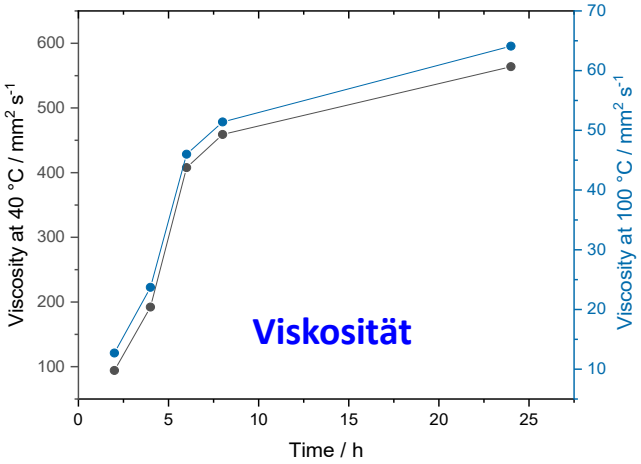


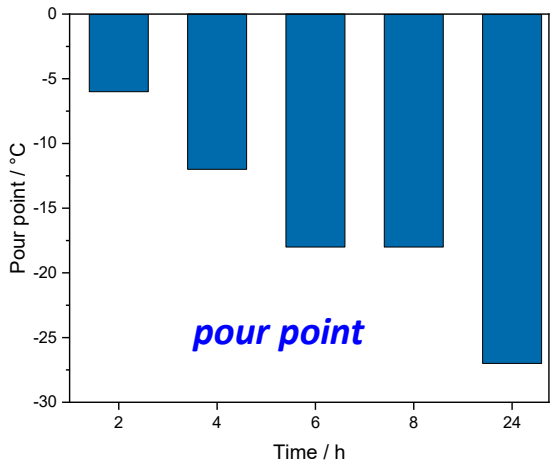
L. Koch, A. Guntermann, K. Hirschbichler, C. Plass, T. Betke, L. Ma. T. Kilthau, H. Gröger, *Green Chemistry* **2023**, angenommen zur Veröffentlichung.

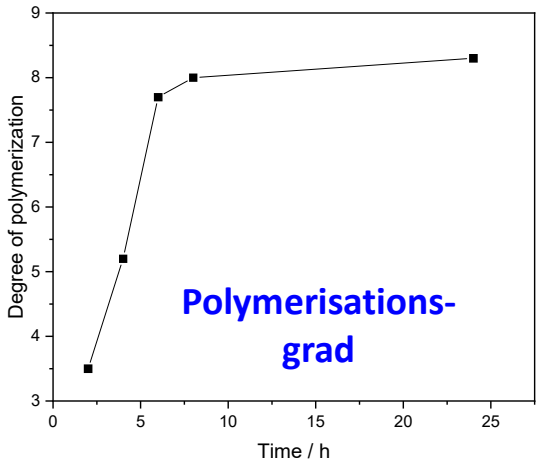
Universität Bielefeld

Untersuchung rheologischer Eigenschaften:

Maßgeschneiderte Einstellung physikalischer / rheologischer Eigenschaften





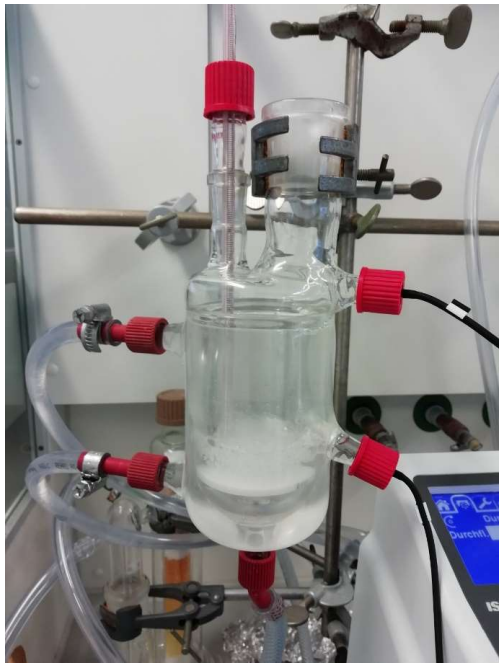


L. Koch, A. Guntermann, K. Hirschbichler, C. Plass, T. Betke, L. Ma. T. Kilthau, H. Gröger, *Green Chemistry* **2023**, angenommen zur Veröffentlichung.

Universität Bielefeld

Produktionskonzept zur Schmierstoff-Synthese

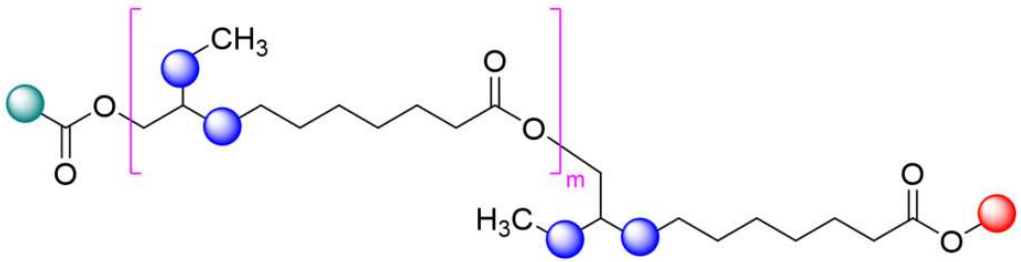
Aufbau eines kontinuierlich betriebenen Reaktors:



Vertraulich

Klüber Lubrication

Veresterung



Produkteigenschaften:

- Hydrolyse Stabilität (Beverage-Bottle-Test)
- Biologisch abbaubar (OECD 301 F)
- Thermische Stabilität (Dry TOST-Test)
- Tieftemperaturverhalten (pour point)
- Kinematische Viskosität
- Säurezahl

Klüber Lubrication

	Kin. Visk. @40°C [mm²/sec]	Kin. Visk. @100°C [mm²/sec]	VI	TAN [mgKOH/g]	Pour Point [°C]
Kandidat 1 Labormuster	97,3	15,5	+169,7	< 0,5	–36

BBT
OECD 301 F

	Kin. Visk. @40°C [mm²/sec]	Kin. Visk. @100°C [mm²/sec]	VI	TAN [mgKOH/g]	Pour Point [°C]
Kandidat 2 Labormuster	673	75,5	+193,3	< 0,6	–18
Pilotmuster (400kg)	602	69,6	+193,3	< 0,5	–18

BBT
OECD 301 F

Klüber Lubrication

ISO VG 320 Ölformulierung: Grundöle + Additive

	Grundöle
Muster 1	Kandidat 1 + Kandidat 2
Muster 2	Kandidat 2 + weiteres Öl

- ✓ Allgemeine Eigenschaften
  - Kin. Viskosität 40°C: ~320 mm^2/s
  - Korrosion Test (Cu / Stahl)
  - Shear Stabilität
  - Elastomer Verträglichkeit
- ✓ > 60% Biologische Abbaubarkeit
- ✓ Hervoragende Hydrolyse Stabilität
- ✓ Gute tribologische Eigenschaften
- – Moderate Oxidation Stabilität

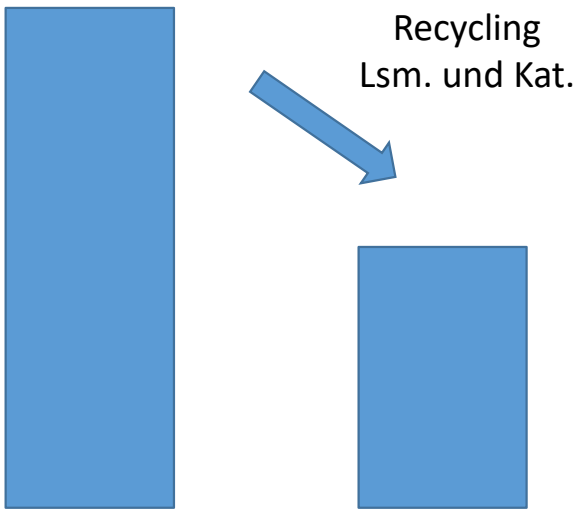
Metallseifen Fett: Grundöle + Verdicker + Additive

Grundöle
Kandidat 1 + weiteres Öl

- ✓ Allgemeine Eigenschaften
  - NLGI 2
  - Penetration
  - Tropfpunkt
  - Ölabscheidung
  - Wasserbeständigkeit
  - Korrosion Test
- ✓ Tieftemperatur Eigenschaften
  - Einsetzbar bis –40°C
- – Moderate Oxidation Stabilität

Klüber Lubrication

LCA



Toxikologische Untersuchungen

- ✓ OECD 471 (Ames Test)
  non-mutagenic
- ✓ OECD 439 (human skin model)
  non-irritant to skin
- ✓ OECD 492
  non-irritant to eye
- – OECD 429 (Local Lymph node)
  weak skin sensitizer

Zusammenfassung

- Die bei der Hydroformylierung gewonnenen Erkenntnisse bilden die Grundlage für die Umsetzung von vergleichbaren nachhaltigen Rohstoffen.
- Das hergestellte Intermediat bietet Potential für weitere Anwendungsmöglichkeiten und kann zudem als Ausgangsstoff für weitere chemische Umsetzungen zu neuen Produkten dienen.
- Die Estersynthese konnte optimiert und auf einen großtechnischen Prozess ausgelegt werden. Die hieraus gewonnen Erkenntnisse lassen sich ebenfalls für zukünftige Projekte nutzbar machen und gibt Raum für die Entwicklung weiterer nachhaltiger Grundöle für die Schmierstoffindustrie.
- Darüber hinaus hat dieses Projekt auch neue Kenntnisse im Hinblick auf die Einsatzfähigkeit von Biokatalysatoren für eine technisch geeignete Herstellung von oligomeren und polymeren Ester-Verbindungen gebracht.
- Es konnte auch gezeigt werden, dass diese Grundöle für den Einsatz als Schmierstoff geeignet sind.