

DEUTSCHES REICH



AUSGEGEBEN AM
10. MÄRZ 1936

18 APR. 1936

REICHSPATENTAMT
PATENTSCHRIFT

№ 626 787

KLASSE 12^o GRUPPE 11

I 48493 IVc/12^o

Tag der Bekanntmachung über die Erteilung des Patents: 13. Februar 1936

I. G. Farbenindustrie Akt.-Ges. in Frankfurt a. M. *)

Verfahren zur Herstellung von Oxydationsprodukten aus höhermolekularen Paraffinkohlenwasserstoffen

Patentiert im Deutschen Reiche vom 6. Dezember 1933 ab

Bei den bekannten Verfahren zur Oxydation von höhermolekularen Paraffinkohlenwasserstoffen, wie Paraffin, Ceresin, Ozokerit, paraffinhaltigen Mittelölen u. dgl. in flüssiger Phase mit sauerstoffhaltigen Gasen erhält man bei der Aufarbeitung der Reaktionsprodukte Rohfettsäuren, die meistens einen verhältnismäßig hohen Gehalt an petrolätherunlöslichen Stoffen, insbesondere Oxyssäuren, aufweisen. Man hat zwar schon versucht, durch Änderung der Arbeitsbedingungen, z. B. durch Zugabe bestimmter Katalysatoren u. dgl., die Reaktion so zu leiten, daß diese unerwünschten Produkte nicht oder nur in geringem Maße entstehen; befriedigende Resultate konnten bis jetzt noch nicht erzielt werden.

Es wurde nun gefunden, daß man hochmolekulare Fettsäuren erhält, die keine oder nur ganz geringe Mengen petrolätherunlösliche Bestandteile enthalten, wenn man die Oxydation in Gegenwart von Katalysatoren vornimmt, die aus Gemischen von Verbindungen des Mangans einerseits und der Alkalimetalle andererseits bestehen, und außerdem die sauerstoffhaltigen Gase in feiner Verteilung, wie sie etwa durch Anwendung poröser Körper von der Art der bekannten Filterkerzen oder porösen Platten aus keramischem Material oder gesintertem Metall erhalten wird, in die zu oxydierenden Kohlen-

wasserstoffe einleitet. Die Oxydation wird hierbei bei verhältnismäßig niedrigen, nicht über etwa 125° liegenden Temperaturen, zweckmäßig bei 90 bis 120° und darunter, durchgeführt. Die Oxydation kommt trotz der niedrigen Reaktionstemperaturen rasch in Gang und ist in verhältnismäßig kurzer Zeit beendet.

Das Verfahren sei an Hand der beiliegenden Zeichnung näher beschrieben:

In das zylindrische Gefäß *A* wird das zu oxydierende Gut, in dem der Katalysator gelöst oder suspendiert ist, durch *B* eingefüllt. Bei *C* befindet sich eine poröse Platte aus keramischem Material, Glas oder gesintertem Metall, deren Porengröße z. B. 40 μ beträgt und durch die das oxydierende Gas, z. B. Luft, in den zu oxydierenden Paraffinkohlenwasserstoff eingeführt wird. An Stelle einer porösen Platte können auch andere poröse Körper, z. B. Filterkerzen, verwendet werden. Die unverbrauchten Oxydationsgase entweichen durch *D*; sie werden zwecks Abscheidung gegebenenfalls mitgeführter dampf- oder nebel förmiger Produkte durch eine Abscheidungs Vorrichtung geleitet. Durch den Umlauf *E*, der zur Temperaturregelung dient, zirkuliert dauernd ein Teil der zu oxydierenden Kohlenwasserstoffe. Das aus dem oberen Teil des Oxydationsgefäßes in den Um-

*) Von dem Patentsucher ist als der Erfinder angegeben worden:

Dr. Emil Keunecke in Oppau.

lauf einmündende Rohr *F* führt das nach *G* übergetretene Produkt wieder in den Oxydationsraum zurück.

Infolge der feinen Verteilung der oxydierenden Gase und des Arbeitens bei verhältnismäßig niedrigen Temperaturen ist die Reaktion mit starker Schaumbildung verbunden. Die Aufnahme des aus dem Oxydationsraum austretenden Schaumes und seine Rückverwandlung in Flüssigkeit erfolgt in dem Ringraum *G*. Die Temperatur wird durch den mit Wasserdampf beschickten Mantel *H* geregelt.

Es ist bereits bekannt, einen aus Manganoxalat und Kochsalz bestehenden Katalysator bei der Oxydation von Paraffinkohlenwasserstoffen zu verwenden. Ferner hat man schon vorgeschlagen, bei der Oxydation von Paraffinkohlenwasserstoffen die Oxydationsgase in feiner Verteilung zuzuführen. Die Kombination der bei dem vorliegenden Verfahren angewandten Maßnahmen, nämlich der Verwendung von Katalysatoren aus Mischungen von Verbindungen des Mangans einerseits und der Alkalimetalle andererseits, unter Zuführung der sauerstoffhaltigen Gase in besonders feiner Verteilung unter Einhaltung von Temperaturen unterhalb 125° ist bisher noch nicht bekanntgeworden. Gerade dieses Verfahren gestattet, bei vollständiger Oxydation der Ausgangsstoffe in guter Ausbeute besonders helle Fettsäuren zu gewinnen, die keine oder nur sehr geringe Mengen petrolätherunlösliche Bestandteile enthalten und die sich daher mit besonderem Vorteil in der Seifenfabrikation verwenden lassen.

Beispiel

In dem oben beschriebenen Oxydationsgefäß werden 80 kg Rohparaffin (Schmelzpunkt 51°), dem 200 g Manganstearat und 120 g Soda zugesetzt sind, bei 110 bis 115° mittels Luft während 12 Stunden oxydiert. Es

werden stündlich 18 cbm Luft durch eine poröse Platte aus keramischem Material von unten eingeführt. Man erhält ein Produkt von sehr heller Farbe (heller als das angewandte Rohparaffin) und folgenden Kennzahlen: Säurezahl = 96, Verseifungszahl = 156. Der Gehalt an Unverseifbarem beträgt 49,5%.

Der Oxysäuregehalt der aus dem Produkt durch Verseifen und Spalten der Seife mit Schwefelsäure gewonnenen hellen Rohsäure beträgt 0,5%. Sie kann zwecks vollständiger Reinigung einer Destillation mit Wasserdampf unter vermindertem Druck unterworfen werden. Die destillierte Säure ist rein weiß.

Bei der beschriebenen Arbeitsweise wird eine gute Ausbeute an Oxydationsprodukt erhalten. Aus 100 Teilen Rohparaffin erhält man 103 Teile Oxydationsprodukt, bestehend aus: 51 Teilen Unverseifbarem, das nahezu restlos aus unverändertem Ausgangsmaterial besteht und als solches dem Verfahren wieder zugeführt wird, 5 Teilen wasserlöslichen Fettsäuren, 47 Teilen hochmolekularen Fettsäuren.

PATENTANSPRUCH:

Verfahren zur Herstellung von Oxydationsprodukten aus höhermolekularen Paraffinkohlenwasserstoffen durch Oxydation mit sauerstoffhaltigen Gasen in der flüssigen Phase, dadurch gekennzeichnet, daß man die Oxydation bei Temperaturen unterhalb etwa 125° in Gegenwart von Katalysatoren vornimmt, die aus Gemischen von Verbindungen des Mangans einerseits und der Alkalimetalle andererseits bestehen, und die sauerstoffhaltigen Gase in feiner Verteilung, wie sie etwa durch Anwendung poröser Körper von der Art der bekannten Filterkerzen oder porösen Platten aus keramischem Material oder gesintertem Metall erhalten wird, in die zu oxydierenden Kohlenwasserstoffe einleitet.

Hierzu 1 Blatt Zeichnungen

Zu der Patentschrift 626787

Kl. 12o Gr. II

