



AUSGEGEBEN AM
30. AUGUST 1940

REICHSPATENTAMT
PATENTSCHRIFT

№ 695 647

KLASSE 23e GRUPPE 1

I 53579 IVa/23e.

157

I. G. Farbenindustrie Akt.-Ges. in Frankfurt, Main*)

Verfahren zur Gewinnung von Seifen oder höhermolekularen Fettsäuren

Patentiert im Deutschen Reiche vom 8. November 1935 ab

Patenterteilung bekanntgemacht am 1. August 1940

Die übliche Aufarbeitung von Oxydations-
produkten, welche aus Paraffinkohlenwasser-
stoffen, z. B. Hartparaffin, Mineralölen, Hy-
drirungsprodukten von Kohlen oder Teeren
5 u. dgl., durch Behandeln mit Oxydationsmit-
teln, wie Sauerstoff, Luft, mitrosen Gasen
u. dgl., erhältlich sind, durch Verseifung mit
Alkalien bei erhöhter Temperatur bietet viel-
fach Schwierigkeiten. Beispielsweise entstehen
10 bei der Verseifung der Oxydationsprodukte
mit Natronlauge bei höherer Temperatur und
gegebenenfalls unter Druck erhebliche Men-
gen Soda, die durch eine Zersetzung von Oxy-
säuren unter gleichzeitiger Bildung unverseif-
15 barer Bestandteile gebildet werden. Die Soda
scheidet sich, da die Verseifung im allge-
meinen mit verhältnismäßig konzentrierten Alkali-
lösungen durchgeführt wird, in fester Form
aus und setzt sich leicht am Boden und an
20 den Wänden der Destillationsgefäße bzw., so-
fern in Röhrensystemen gearbeitet wird, an
den Wandungen der Röhre fest. Hierdurch
wird der Wärmeübergang erheblich erschwert,
was zu Überhitzungen führt, wodurch eine
25 Zersetzung der wertvollen Seifen sowie eine
unerwünschte Verfärbung der Verseifungspro-
dukte hervorgerufen wird. Durch die Aus-
scheidung der Soda treten beim Arbeiten in
Röhrensystemen zudem noch unerwünschte
30 Verstopfungen auf, die oft zu Unterbrechun-
gen des Betriebes führen.

Es wurde nun gefunden, daß man die Auf-
arbeitung der Oxydationsprodukte durch Ver-

seifung wesentlich erleichtern und die er-
wähnten Schwierigkeiten vermeiden kann, 35
wenn man die rohen Oxydationsprodukte mit
wäßrigen Lösungen, welche alkalisch reagie-
rende Stoffe in geringerer Menge enthalten,
als der Säurezahl des Oxydationsproduktes
entspricht, behandelt, die wäßrige Lösung 40
abtrennt und sodann das Oxydationsprodukt
in üblicher Weise verseift und die Seifen
gegebenenfalls durch Säuren zerlegt. Geeig-
nete alkalisch reagierende Stoffe sind bei-
spielsweise die Hydroxyde oder Carbonate 45
der Alkalien einschließlich des Ammoniums.
In den meisten Fällen genügen schon Mengen
der alkalisch reagierenden Stoffe, welche etwa
10 bis 30% der nach der Säurezahl des Oxy-
dationsproduktes sich errechnenden Menge 50
entsprechen. Die Behandlung der Oxydations-
produkte mit den genannten alkalischen Lö-
sungen erfolgt zweckmäßig in Rührgefäßen
bei Temperaturen von etwa 60 bis 100°. 55
Das Verfahren kann auch unter Anwendung
von Druck, durch Arbeiten bei erhöhter Tem-
peratur im geschlossenen Gefäß, z. B. unter
etwa 2 bis 20 at Druck, durchgeführt werden.
Nach gründlicher Durchmischung läßt man
absitzen, trennt die wäßrige Lösung ab und 60
behandelt das Oxydationsprodukt mit der zur
völligen Verseifung des Oxydationsproduktes
ausreichenden Menge von Alkalien in üb-
licher Weise. Durch die beschriebene Vor-
65 behandlung mit geringen Mengen Alkali wer-
den den Oxydationsprodukten im wesentlichen

*) Von dem Patentsucher sind als die Erfinder angegeben worden:

Dr. Christoph Beck und Dr. Helmut Weissbach in Ludwigshafen, Rhein.

nur die stark sauren Bestandteile, z. B. niedrigmolekulare Carbonsäuren, Oxy- oder Polycarbonsäuren usw., entzogen. Diese Bestandteile können gegebenenfalls durch Ansäuern der abgetrennten Lösung als solche gewonnen werden. In manchen Fällen ist es zweckmäßig, die rohen Oxydationsprodukte zunächst mit Wasser und erst dann in der beschriebenen Weise mit einer wäßrigen Lösung von Alkalien zu behandeln, worauf die eigentliche Verseifung der Oxydationsprodukte durchgeführt wird.

Bei der Verseifung der in der erwähnten Weise vorgereinigten Oxydationsprodukte erhält man Produkte, welche praktisch keine oder nur geringe Mengen Soda bzw. Salze stark saurer Bestandteile enthalten und deren Aufarbeitung keine Schwierigkeiten mehr bietet. Die gewonnenen Seifen bzw. Fettsäuren enthalten praktisch keine niedrigmolekularen Carbonsäuren, Oxy- oder Polycarbonsäuren, und sie können daher unmittelbar als Seifen oder Ausgangsstoffe hierfür Verwendung finden; sie sind außerdem ein sehr wertvolles Ausgangsmaterial für die Herstellung von höhermolekularen aliphatischen Alkoholen u. dgl., welche ihrerseits als wertvolle Zwischenprodukte für die Gewinnung von Textilhilfsmitteln, Wachsen u. dgl. Verwendung finden können.

Aus der Patentschrift 405 636 ist es bekannt, Fettsäuregemische, die bei der Oxydation von höhermolekularen, nichtaromatischen Kohlenwasserstoffen entstehen, mit einer zur vollständigen Verseifung nicht ausreichenden Menge Alkali zu behandeln, doch wird hierbei als Ausgangsstoff nur der verhältnismäßig einfach zusammengesetzte, ölige Teil des bei der Oxydation entstehenden Destillats verwendet; der auch nur einen untergeordneten Teil des Reaktionsproduktes ausmacht. Im vorliegenden Fall handelt es sich dagegen um die Aufarbeitung des gesamten, kompliziert zusammengesetzten Oxydationsproduktes, und es war nicht vorzusehen, daß es auf die angegebene Weise gelingen würde, gerade diejenigen sauren Bestandteile zu entfernen, die bei der nachfolgenden, bei höherer Temperatur und gegebenenfalls unter Druck erfolgenden Verseifung die unerwünschten Störungen verursachen.

Beispiel

1040 Teile eines Oxydationsproduktes, das durch Behandeln von amerikanischem Sweet-Oil (einem Zwischenprodukt der Paraffin-

herstellung) mit Luft bei etwa 170° gewonnen wurde und eine Säurezahl von 58 und eine Verseifungszahl von 118 aufweist, werden durch Behandeln mit etwa 3000 Teilen heißem Wasser bis zum Verschwinden der sauren Reaktion im Waschwasser gewaschen. Es werden so etwa 1000 Teile gewaschenes Produkt mit der Säurezahl 43 und der Verseifungszahl 101 erhalten.

Das erhaltene Produkt wird hierauf in einem Rührgefäß zusammen mit 500 Teilen Wasser, dem 20 Teile 35%ige Natronlauge zugesetzt sind, bei 90° 1 Stunde lang verrührt und sodann absitzen gelassen. Die wäßrige Lösung wird hierauf abgetrennt; durch Ansäuern werden daraus 85 kg Säuren mit der Verseifungszahl 197 erhalten.

Das von der Lauge getrennte Oxydationsprodukt (890 kg) wird zur Verseifung zusammen mit 170 Teilen 35%iger Natronlauge und 400 Teilen Wasser in einem geschlossenen Rührautoklaven auf 225° erhitzt, wobei sich ein Druck von 30 at einstellt. Unter diesem Druck wird das Oxydationsprodukt nach der Verseifung durch ein mit dem Autoklaven verbundenes Rohr geleitet, in dem es auf 320° erhitzt wird. Anschließend wird das Produkt durch ein Ventil in ein auf etwa 350° erhitztes Gefäß entspannt, aus welchem die Dämpfe durch ein Übergangsrohr in einen Kühler gelangen, wo sie kondensiert werden. Außer 585 Teilen Destillat, welches das Unverseifbare mit der Verseifungszahl 5 darstellt, werden als Rückstand 302 Teile einer wasserfreien Seife erhalten mit einem Gehalt an Fettsäuren von 77,6% und nur 5,7% an freier Soda.

PATENTANSPRUCH:

Verfahren zur Gewinnung von Seifen oder höhermolekularen Fettsäuren aus Oxydationsprodukten von Paraffinkohlenwasserstoffen, dadurch gekennzeichnet, daß das gesamte Oxydationsprodukt zunächst nur mit einer solchen Menge wäßrigen Verseifungsmittels behandelt wird, die zur Verseifung des gesamten Oxydationsproduktes nicht ausreicht und die im allgemeinen 10 bis 30% der nach der Säurezahl des Oxydationsproduktes berechneten Menge beträgt, worauf die wäßrige Lösung des Reaktionsproduktes abgetrennt und sodann die unverseiften Bestandteile in üblicher Weise verseift und gegebenenfalls die erhaltenen Seifen mit Säuren zerlegt werden.