

Ertelt auf Grund der Verordnung vom 12. Mai 1943

(RGBl. II S. 150)

AUSGEGEBEN AM

8. JANUAR 1944

DEUTSCHES REICH



REICHSPATENTAMT
PATENTSCHRIFT

№ 744 079

KLASSE 12^o GRUPPE 11

167223 IVd/12^o

1846

* Dr. Emil Keunecke in Ludwigshafen-Oppau
und Dr. Hans-Jürgen Nienburg in Mannheim *

sind als Erfinder genannt worden

I. G. Farbenindustrie AG. in Frankfurt, Main

Verfahren zur Herstellung von Fettsäuren aus Rohparaffinen

Patentiert im Deutschen Reich vom 20. Juni 1940 an

Patenterteilung bekanntgemacht am 11. November 1943

Gemäß § 2 Abs. 1 der Verordnung vom 20. Juli 1940 ist die Erklärung abgegeben worden,
daß sich der Schutz auf das Protektorat Böhmen und Mähren erstrecken soll

Technisches Rohparaffin, wie es beispielsweise bei der Aufarbeitung von Erdölen, Teeren, Hydrierungsprodukten oder Druckextrakten von Braunkohle anfällt, ist bekanntlich meistens durch einen mehr oder weniger hohen Ölgehalt sowie durch Schwefelverbindungen, Stickstoffverbindungen, Phenole und andere nichtparaffinische Bestandteile verunreinigt. Es muß, wenn es in an sich bekannter Weise zu Fettsäuren oxydiert werden soll, zuvor von den Verunreinigungen befreit werden.

Es ist bekannt, daß man Rohparaffin durch Behandeln mit Schwefelsäure oder Aluminiumchlorid in der Wärme oder durch Hydrierung raffinieren kann. Es ist ferner bekannt, daß man ein praktisch vollständig ölfreies Paraffin erhalten kann, wenn man Rohparaffin mit nied-

rigsiedenden Lösungsmitteln, wie Dichloräthan oder einem Gemisch von Benzol und Aceton, behandelt. Diese Behandlungsmittel haben den Nachteil, daß man sie vor der Oxydation vollständig entfernen muß, damit die Oxydation nicht gestört oder das Oxydationsprodukt nicht verunreinigt wird.

Es wurde nun gefunden, daß man in sehr vorteilhafter Weise Oxydationserzeugnisse aus Rohparaffin herstellen kann, wenn man es mit Vorlauf Fettsäuren der Paraffinoxydation vorbehandelt und anschließend in an sich bekannter Weise der Oxydation mit molekularen Sauerstoff enthaltenden Gasen unterwirft. Zur Vorbehandlung eignen sich besonders die Vorlauf Fettsäuregemische mit etwa 4 bis 10 Kohlenstoffatomen. Es hat sich gezeigt, daß die Vorlauf-

fettsäuren besonders gute Lösungsmittel für die öligen und sonstigen Verunreinigungen des Rohparaffins sind. Sie haben vor anderen organischen Lösungsmitteln den besonderen Vorteil, daß sie keine Fremdstoffe darstellen, wenn man das gereinigte Paraffin späterhin zu Fettsäuren oxydiert. Es ist daher in diesem Falle nicht erforderlich, sie aus dem gereinigten Paraffin vollständig zu entfernen, da sie bei der Oxydation weder stören noch selbst verändert werden.

Man verfährt zweckmäßig so, daß man das Rohparaffin in der Kälte oder in der Wärme mit etwa der gleichen Gewichtsmenge Vorlaufettsäuren kurze Zeit rührt. An Stelle der gesamten Vorlaufettsäuren kann man auch einzelne Fraktionen, z. B. solche mit etwa 5 bis 6 Kohlenstoffatomen, verwenden. Es ist nicht erforderlich, das Rohparaffin in den Vorlaufettsäuren vollständig zu lösen; vielmehr genügt es, namentlich wenn das Rohparaffin einen hinreichend hohen Erstarrungspunkt besitzt, es zu mahlen und dann bei gewöhnlicher Temperatur kurze Zeit mit Vorlaufettsäuren zu verrühren. Man kann aber auch eine Schmelze des Rohparaffins bei höherer Temperatur, z. B. bei 60 bis 70°, mit etwa dem gleichen Volumen Vorlaufettsäuren vermischen und aus der homogenen Lösung durch Abkühlen auf gewöhnliche Temperatur das gereinigte Paraffin auskristallisieren lassen. Dabei ist es nicht erforderlich, auf Temperaturen unter 0° abzukühlen.

Das gereinigte Paraffin wird vom Extrakt in üblicher Weise durch Filtrieren, Zentrifugieren oder Pressen getrennt. Es kann durch Behandeln mit grobflächenigen Stoffen, wie Bleicherde, weiter gereinigt und durch Erhitzen bei vermindertem Druck oder Blasen mit Dampf von anhaftenden Vorlaufettsäuren völlig befreit werden.

Der Extrakt kann durch Destillation, zweckmäßig unter vermindertem Druck, aufgearbeitet werden. Man erhält dabei die Vorlaufettsäuren wieder zurück. Als Rückstand hinterbleiben die Verunreinigungen des Paraffins, die verheißt oder anderen Verwendungszwecken zugeführt werden.

Während Rohparaffin sich bekanntlich schlecht oder gar nicht mit Luft oxydieren läßt, läßt sich das auf die oben beschriebene Weise gereinigte Paraffin ohne weiteres in an sich bekannter Weise mit molekularen Sauerstoff enthaltenden Gasen oxydieren.

Es ist bekannt, daß Mineralöle durch Extraktion mit niedermolekularen Fettsäuren von dunklen Verunreinigungen befreit werden können. Im vorliegenden Fall handelt es sich darum, festes Paraffin weniger von dunklen Verunreinigungen als vielmehr von Stoffen zu befreien, die die Oxydation mit molekularen Sauerstoff enthaltenden Gasen stören. Es ist ferner

bekannt, daß man aus paraffinhaltigen Schmierölen durch Zugabe verschiedener Lösungsmittel, u. a. Essig- und Buttersäure, paraffinhaltige Niederschläge ausfällen kann, die sich bei Zugabe weiteren Lösungsmittels wieder lösen. Aus dieser Tatsache war ebenfalls nicht zu schließen, daß man durch Behandlung von Paraffin mit Vorlaufettsäuren besonders leicht oxydierbares Paraffin gewinnen kann.

Weiterhin hat man bereits aus Rohparaffinen Oxydationsprodukte gewonnen, indem man sie vor der Oxydation mit Kohlenwasserstoffen extrahierte, denen man, um eine zu weitgehende Lösung des Paraffins zu verhindern, solche Verbindungen zusetzte, die das Paraffin nicht lösen. Als geeignete Zusatzmittel sind u. a. auch allgemeine Säuren erwähnt. Hieraus war nicht zu entnehmen, daß die bei der Paraffinoxydation entstehenden Vorlaufettsäuren für sich allein vorzügliche Extraktionsmittel für die Oxydationsfähigkeit des technischen Rohparaffins beeinträchtigenden Verunreinigungen sind.

Beispiel 1

10 Gewichtsteile eines aus Braunkohleschweiler gewonnenen dunklen Rohparaffins vom Erweichungspunkt 53° und dem spezifischen Gewicht 0,775 (bei 70°) werden gemahlen und mit 10 Gewichtsteilen einer Fraktion von Vorlaufettsäuren mit 4 bis 7 Kohlenstoffatomen 30 Minuten lang bei gewöhnlicher Temperatur gerührt. Der entstandene Brei wird auf einer Filterpresse abgepreßt. Der Filterinhalt und der Extrakt werden jeweils für sich durch Erhitzen bei vermindertem Druck von den Vorlaufettsäuren befreit. Man erhält 9 Gewichtsteile eines nur schwach gelb gefärbten gereinigten Paraffins vom Erweichungspunkt 56° und dem spezifischen Gewicht 0,772 (bei 70°) einerseits und 1 Gewichtsteil eines dunklen öligen Extraktes andererseits. Die verwendeten Vorlaufettsäuren werden dabei praktisch verlustlos wiedergewonnen. Das gereinigte Paraffin läßt sich mit Luft in an sich bekannter Weise in sehr guter Ausbeute zu hellen Fettsäuren oxydieren.

Beispiel 2

10 Gewichtsteile des im Beispiel 1 genannten Rohparaffins werden mit 10 Gewichtsteilen der in Beispiel 1 genannten Vorlaufettsäurefraktion auf 70° erwärmt. Die erhaltene Lösung wird unter Rühren auf gewöhnliche Temperatur abgekühlt. Dabei fällt das gereinigte Paraffin aus. Durch Zentrifugieren wird der größere Teil der Vorlaufettsäuren abgetrennt; das paraffinische Produkt, das in einer Menge von 9,3 Teilen anfällt, wird in an sich bekannter Weise der Oxydation zu Fettsäuren unterworfen.

Behandelt man das gereinigte, noch schwach gefärbte Paraffin außerdem noch mit Bleicherde, so erhält man ein völlig farbloses Paraffin,

das sich ebenfalls sehr leicht und mit sehr guter Ausbeute zu hellfarbigen Oxydationserzeugnissen oxydieren läßt.

PATENTANSPRUCH:

5

Verfahren zur Herstellung von Fettsäuren aus Rohparaffinen, wobei diese zuerst mit organischen Lösungsmitteln von der Haupt-

menge der öligen Verunreinigungen befreit werden und das dabei erhaltene gereinigte Paraffin anschließend in an sich bekannter Weise mit molekularen Sauerstoff enthaltenden Gasen oxydiert wird, dadurch gekennzeichnet, daß man dabei die reinigende Vorbehandlung der Rohparaffine mit Vorlauf-
10
15
fettsäuren der Paraffinoxydation ausführt.