

Pat.-Abt. Ham/Am
R 583

E II
Verfahren zur Nachbehandlung von aus freien Fettsäuren
hergestellten Seifen

Wenn Seifen durch Neutralisation freier Fettsäuren mit Alkalicarbonaten oder Alkalihydroxyden hergestellt werden, gehen die Verunreinigungen der zur Verarbeitung kommenden Fettsäuren teilweise in die gewonnenen Seifen über. Bei der Verarbeitung synthetischer Fettsäuren bestehen diese Verunreinigungen im wesentlichen aus Kohlenwasserstoffen, höheren Alkoholen und anderen sauerstoffhaltigen Verbindungen. Die Alkohole verhindern, dass die Seifen eine ausreichende Härte aufweisen, während die Kohlenwasserstoffe ("Neutralöle") in der Hauptsache die Träger des unangenehmen Synthesegeruches derart gewonnener Seifen sind.

Wenn die synthetischen Fettsäuren durch Oxydation von Paraffin-Oxoverbindungen hergestellt wurden, können die fertigen Seifen bis zu 10% höhere Alkohole (C_{10} - C_{20}) und etwa 10% Kohlenwasserstoffe (Neutralöle) enthalten. Die Neutralöle sind in den für die Herstellung der Oxoverbindungen verwendeten Ausgangs-Olefinmischungen vorhanden. Die höheren Alkohole entstehen gegebenenfalls durch Nebenreaktionen aus den zur Verarbeitung kommenden Oxoverbindungen.

Es ist bereits vorgeschlagen worden, synthetische Seifen durch Extraktion mit geeigneten Lösungsmitteln von unerwünschten Bestandteilen zu befreien. Als Extraktionsmittel hat man neben Kohlenwasserstoffgemischen auch bereits Aceton verwendet. Aceton löst sowohl die vorhandenen höheren Alkohole als auch die Neutralöle und weist ein nur geringes Lösungsvermögen für Seife auf. Es hat jedoch den Nachteil, dass sein pH-Wert zwischen 5 - 6 liegt. Aufgrund dieser Tatsache kommt es zur teilweisen Zersetzung der vorhandenen Seife, wobei sich freie Fettsäuren bilden. Diese werden bei der Extraktion vom Aceton gelöst, sodass ein Verlust an wertvoller Seifensubstanz entsteht. Auch in der Seife bleiben nach der Aceton-Extraktion freie Fettsäuren zurück und verschlechtern ihre

eigenschaften, insbesondere den Geruch und die Lagerbeständigkeit.

Es wurde gefunden, dass diese Nachteile nicht auftreten, wenn man die Wasserstoffionenkonzentration des zur Extraktion benutzten Acetons und diejenige der zu behandelnden Seife auf gleiche Höhe bringt. Seife hat in den meisten Fällen einen pH-Wert von annähernd 9,1. Durch Zusatz von Ammoniak lässt sich der pH-Wert des Acetons ohne Schwierigkeit ebenfalls auf 9,1 einstellen. Sobald das Extraktionsmittel und die zu behandelnde Seifensubstanz denselben pH-Wert aufweisen, übt das Aceton auf die Seife keinen zersetzenden Einfluss mehr aus. Die Einstellung des Aceton-pH-Wertes kann an sich mit beliebigen in Aceton löslichen Alkalien erfolgen. Ammoniak hat jedoch besondere Vorteile, weil es keine schädliche Wirkung auf die Seife oder das Lösungsmittel ausübt und sich leicht wieder entfernen lässt. Der Ammoniak-Zusatz wird zweckmässig mit Hilfe von wasserfreiem oder hochkonzentriertem Ammoniak vorgenommen und beträgt nur Bruchteile eines Prozentes. Ein grösserer Ammoniakzusatz erhöht jedoch die Löslichkeit der Seifensubstanz erheblich.

Die zu behandelnden Seifen müssen vor der Extraktion möglichst weitgehend von ihrem Wassergehalt befreit werden. Schon ein geringer Wassergehalt von etwa 3 % vermindert die Ausbeute an extrahierter Seife in empfindlicher Weise (bis zu 8 %).

Es wurde weiterhin gefunden, dass der den aus synthetischen Fettsäuren hergestellten Seifen anhaftende Geruch praktisch völlig verschwindet, wenn das zur Extraktion verwendete Aceton etwas Pyridin enthält. Es genügt im allgemeinen ein Gehalt von etwa 1 % Pyridin.

Die Extraktion kann in stehenden Behältern ohne Rührwerk erfolgen, indem man die Seife mit dem Extraktionsmittel überschichtet. Man kann aber auch an sich bekannte kontinuierlich arbeitende Extraktionsmethoden verwenden.

Aus den nachfolgenden Ausführungsbeispielen sind nähere Einzelheiten ersichtlich.

Ausführungsbeispiel 1:

In einen stehenden Behälter wurden 40 kg einer Rohseife eingesetzt, die man aus neutralölfreien synthetischen Fettsäuren der Molekülgrösse C_{12} - C_{17} herstellte. Sie war vorher sorgfältig getrocknet worden und enthielt Wasser nur noch spurenweise. Die zu ihrer Herstellung verwendete rohe Fettsäure wies bei einer mittleren C-Zahl von 13,5 eine Neutralisationszahl von 253 und eine OH-Zahl von 3 auf. Die Seifenmasse wurde bei gewöhnlicher Temperatur (15 - 30°C) mit 150 Liter Aceton überschichtet, das 1 % Pyridin enthielt. Der pH-Wert dieses Gemisches belief sich auf annähernd 5,5.

Das Extraktionsmittel blieb 24 Stunden mit der Seifenmasse in Berührung, ohne dass eine besondere Durchmischung vorgenommen wurde. Nach dieser Zeit zog man das Lösungsmittel von der Masse ab. Der feste Rückstand wurde abgepresst und mit Luft ausgeblasen. Bei 70 - 90°C liess sich auch das vorhandene Pyridin restlos entfernen. Danach wurde die Seife auf den vorgeschriebenen Feuchtigkeitsgehalt gebracht und in der üblichen Weise fertiggestellt.

Bei der Extraktion erhielt man 96,4 % der Seife zurück. Das Extraktionsgut wies eine Neutralisationszahl von 256 und eine Hydroxylzahl von 0 auf. Ungefähr 3 % des Einsatzes gingen als Extrakt verloren (1200 g). Der Extrakt wies eine gesamte Säurezahl von 238, eine freie Säurezahl von 32 und eine gebundene Säurezahl von 206 auf. Er enthielt 12 % freie Fettsäure, 5 % Alkohole und 83 % Seife.

Ausführungsbeispiel 2:

In einem stehenden Behälter wurden 40 kg Seife, die durch Neutralisation synthetischer Fettsäuren hergestellt war, mit 150 Liter Aceton überschichtet, dem man 1 % Pyridin zugesetzt hatte. Die Seife enthielt nur Spuren von Wasser. Ihre Fettsäuren wiesen eine durchschnittliche Molekülgrösse von 13,3 C-Atomen auf und enthielten noch geringe Mengen von Neutralöl. Das Lösungsmittelgemisch wurde mit Hilfe von Ammoniak auf einen pH-Wert von 9,1 eingestellt.

Das Lösungsmittel blieb 24 Stunden mit der Seifenmasse in Berührung, worauf in der gleichen Weise wie in Beispiel 1 die Abtrennung der behandelten Seife erfolgte.

Man erhielt insgesamt 98,2 % der eingesetzten Seife in extrahierter Form zurück. Die Fettsäuren dieser Seifen wiesen eine Neutralisationszahl von 261 und eine Hydroxylzahl von 0 auf. Freie Fettsäuren waren nicht vorhanden.

Der nach dem Abdampfen des Acetons verbleibende Extrakt umfasste 1,74 % der eingesetzten Seife (700 g). Er wies eine gesamte Säurezahl von 181 und eine freie Säurezahl von 0 auf, freie Fettsäuren waren in ihm also nicht vorhanden. Er bestand aus 75 % Seife, 13 % Neutralöl und 12 % höheren Alkoholen.

Beim Vergleich der beiden Ausführungsbeispiele erkennt man, dass bei einem pH-Wert von etwa 5 - 6 das Aceton grössere Mengen freie Fettsäuren bildet und ausserdem grössere Seifenverluste verursacht. Wird die Wasserstoffionenkonzentration jedoch erfindungsgemäss auf pH=9,1 eingestellt, so entfernt das Lösungsmittel ausschliesslich höhere Alkohole und etwa vorhandenes Neutralöl, ohne freie Fettsäuren zu bilden und in Verlust zu bringen. Im ersten Fall erzielt man eine unbefriedigende, im zweiten Fall aber eine hervorragend gute Refination der rohen Seife.

Patentansprüche

1.) Verfahren zur Nachbehandlung von aus freien Fettsäuren hergestellten Seifen, - d a d u r c h g e k e n n z e i c h n e t , dass die Seife mit Aceton extrahiert wird, dessen Wasserstoffionenkonzentration durch Zusatz alkalisch reagierender Verbindungen auf den pH-Wert der zu behandelnden Seife eingestellt wird.

2.) Verfahren nach Anspruch 1, d a d u r c h g e k e n n z e i c h n e t , dass die Seifen mit Aceton extrahiert werden, dessen Wasserstoffionenkonzentration auf ^{zwischen} einen 8 - 10 liegenden pH-Wert, zweckmässig auf pH= 8,8 - 9,1 eingestellt ist.

3.) Verfahren nach Anspruch 1 und 2, dadurch gekennzeichnet, dass die Einstellung der Wasserstoffionenkonzentration des zur Extraktion verwendeten Acetons mit Hilfe von Ammoniak vorgenommen wird.

4.) Verfahren nach Anspruch 1 - 3, dadurch gekennzeichnet, dass dem zur Extraktion verwendeten Aceton geringe Mengen, zweckmässig etwa 1% Pyridin beigemischt werden.

~~RUHRCHEMIE~~-AKTIENGESELLSCHAFT