

Betr.: Patentanmeldung R 110 735 Iva/230

Neue BeschreibungVerfahren zur Abtrennung von Natronseifen aus kohlenwasserstoffhaltigen Seifengemischen

Die Gewinnung von Natronseifen aus Gemischen von Fettsäuren mit Neutralölen (Kohlenwasserstoffen) kann bekanntlich durch Neutralisation der Fettsäuren mit Alkalihydroxyden oder -Carbonaten mit nachfolgender Abtrennung der entstandenen Seifen in Form ihrer wässrigen oder alkoholischen Lösungen erfolgen. Eine Abtrennung des Neutralöls läßt sich durch Zusatz von Wasser und 10 - 15 % Alkohol zum Zwecke der Emulsifizierung erreichen, wobei zwei Schichten entstehen, von denen in der unteren Schicht die gebildete Natronseife enthalten ist. In der abgetrennten Seife bleibt jedoch durch Emulsifizierung eine große Menge von Neutralöl zurück, dessen Abzug große Schwierigkeiten bereitet.

Es wurde gefunden, daß die durch Wasserezusatz entstehende Seifenlösung nur wenig Neutralöl aufnimmt, wenn man bei den Reaktionen Gemisch Seife-Neutralöl-Wasser-Alkohol jede Spur von freiem Metallkali ausschließt. Sohen wenn im Lösungswasser nur 0,2 % freies NaOH vorhanden sind, enthält die gewonnene Seife bereits 12 % unerwünschte Neutralöle. Bei einem NaOH-Gehalt von 5 % steigt der Neutralölgehalt der Seife sogar auf 28 %. Ein Überschuß von Soda oder Natriumcarbonat ist auf die Menge des in der wässrigen Seifenlösung vorhandenen Neutralöls ohne Einfluß.

Neben der Abwesenheit von freiem Alkalihydroxyden ist auch die Menge des zur Seifenabtrennung benutzten Wassers bzw. wässrigen Alkohols von Bedeutung. Bei Verwendung geringer Wassermengen hält die Seifenemulsion in zunehmendem Maße Neutralöle zurück. Behandelt man beispielsweise zur Trennung von je 1000 g eines 10 % Natronseife enthaltenden Reaktionsgemisches mit 250 ccm Wasser, so hält die ausgesalzene Seife 25 % Neutralöl zurück. Bei Verwendung

von 500 ccm Wasser belüftet sich der Neutralölgehalt noch auf 19 %. Auch bei einer Wassermenge von 1 000 ccm enthält die Seife immer noch 5 % Neutralöle. Erst durch Verwendung von 1200 ccm Wasser pro 1000 g Reaktionsgemisch läßt sich der Neutralölgehalt der abgeschiedenen Seife auf weniger als 3 % herabdrücken.

Das zur Herstellung der entstandenen Seife verwendete Wasser erhält in bekannter Weise einen Zusatz von 10 - 15 % Äthylalkohol. Durch den Alkoholzusatz wird eine unerwünschte Emulsionsbildung vermieden. Anstelle von Alkohol können auch andere Stoffe mit schaumzerstörenden Eigenschaften verwendet werden. Durch den Wasserzusatz entstehen zwei Flüssigkeitsschichten, von denen die obere aus Kohlenwasserstoffen (Neutralöl) besteht, während sich darunter eine Seifenlösung abscheidet. Beide Schichten werden durch einen Scheidetrichter oder andere geeignete Vorrichtungen voneinander getrennt.

~~Aus der Seifenlösung wird zunächst der Alkohol abdestilliert. Danach versetzt man die heiße Lösung mit einer ausreichenden Menge von Kochsalz und läßt abkühlen. Hierbei scheidet sich ein auf der Lösung liegender Seifenkuchen ab. Er wird von anhaftender Flüssigkeit abgepreßt und in der üblichen Weise getrocknet. Die erhaltene trockene Seife enthält weniger als 3 % Neutralöl. Arbeitet man demgegenüber bei der Seifen-Isolierung mit wässrigen Lösungen, die auch nur spurenmäßig freie Alkalihydroxyde enthalten, dann läßt sich der Neutralölgehalt auch nicht annähernd bis auf diesen Wert herabdrücken.~~

Aus dem nachstehenden Ausführungsbeispiel sind weitere Einzelheiten ersichtlich.

Ausführungsbeispiel 1:

Einem synthetisch gewonnenen Gemenge aus Natronseifen und aliphatischen Kohlenwasserstoffen, bestehend aus ca. 25 kg Natronseifen und ca. 30 kg Paraffinkohlenwasserstoffen $C_{10} - C_{18}$ wurden 200 Liter Wasser und 40 Liter 50 %iger Äthyl-

alkohol zugesetzt und das Gemisch danach noch weitere 10 Minuten lang gut durchgerührt. Hierauf erwärmte man die Flüssigkeit auf etwa 60°C, wobei zwei voneinander scharf getrennte Schichten entstanden. Die obere Schicht enthielt das vorhandene Neutralöl und wurde abgetrennt. Die untere Schicht bestand aus einer wässrig-alkoholischen Seifenlösung. In einem Destillierkessel wurde sie vom Alkohol befreit. Hierbei ergaben sich als Destillat 40 Liter wässriger Alkohol, der in den Verfahrenskreislauf zurückkehrte.

Aus der alkoholfreien wässrigen Lösung wurde die Seife mit 10 K₂ Kochsalz ausgesalzen. Nach 24 Stunden konnte ein Seifenkuchen abgehoben werden, der von der anhaftenden Salzlösung abgepreßt und darauf getrocknet wurde. Man erhielt insgesamt 24 kg Rohseife, deren Gehalt an Neutralöl sich auf nur 1,2 % belief.

Ausführungsbeispiel 2:

~~Man unterwarf 132 kg eines Gemisches aus Kohlenwasserstoffen und Fettalkoholen der Molekülgröße C₁₄ - C₁₉ (mittlere Molekülgröße C_{16,2}), das eine OH-Zahl von 75 aufwies und 33,1 % Fettalkohole enthielt, in an sich bekannter Weise der Alkalischnmelze. Aus dem hierbei entstehenden Reaktionsprodukt wurden ca. 55 kg der vorhandenen Kohlenwasserstoffe durch Destillation entfernt.~~

Der verbleibende Rückstand lieferte annähernd 80 kg Rohseife, welche in 360 l Wasser und 40 l verdünntem Äthyl-Alkohol gelöst und durch Einleitung von Kohlensäure auf einen pH-Wert von 9,1 gebracht wurde. Hierauf ließ man das Gemisch bis zur vollständigen Klärung stehen und zog die klare Seifenlösung von dem darüber stehenden Neutralöl ab. Durch Aussalzen wurden aus der Seifenlösung 66 kg Kernseife mit ca. 35 % Wasser gewonnen. Die Neutralisationszahl der aus dieser Seife in Freiheit gesetzten Fettsäuren belief sich auf 209, während die Hydroxylzahl bei 0 lag. An Neutralöl wurden ca. 30 kg erhalten.

Zur Einstellung des gewünschten pH-Wertes können anstelle von Kohlensäure auch Fett- oder Mineralsäuren Verwen-

dung finden.

Das erfindungsgemäße Verfahren hat sich besonders bewährt bei der Aufarbeitung von durch Aldehydoxydation aus Olefinkohlenwasserstoffen gewonnenen Fettsäuren. Es ist aber auch für Seifengemische geeignet, die auf dem Wege der Alkalischmelze erhalten werden.

Patentansprüche

1.) Verfahren zur Abtrennung von Natronseifen aus kohlenwasserstoffhaltigen Seifengemischen mit Hilfe von Wasser oder wässrigen Alkohollösungen, dadurch gekennzeichnet, daß die Seifenabtrennung als alkalihydroxydfreien Reaktionsgemischen mit einer Wassermenge oder wässrigen Alkoholmenge vorgenommen wird, die annähernd 10 bis 15 mal größer ist als das Gewicht der abzutrennenden Seife.

2.) Verfahren nach Anspruch 1, dadurch gekennzeichnet, daß dem zur Seifenabtrennung verwendeten Wasser oder Alkoholgemisch schaumzersetzende Stoffe zugesetzt werden.

RUBRICHIELE AKTIENGESELLSCHAFT
Gen. Hagemann i.V. Förster

Betr.: Patentanmeldung R 110 735 IVa/23e

Neue Beschreibung

Verfahren zur Abtrennung von Natronseifen aus kohlenwasserstoffhaltigen Seifengemischen

Die Gewinnung von Natronseifen aus Gemischen von Fettsäuren mit Neutralölen (Kohlenwasserstoffen) kann bekanntlich durch Neutralisation der Fettsäuren mit Alkalihydroxyden oder -Carbonaten mit nachfolgender Abtrennung der entstandenen Seifen in Form ihrer wässerigen oder alkoholischen Lösungen erfolgen. Eine Abtrennung des Neutralöls läßt sich durch Zusatz von Wasser und 10 - 15 % Alkohol zum Zwecke der Emulsionsströmung erreichen, wobei zwei Schichten entstehen, von denen in der unteren Schicht die gebildete Natronseife enthalten ist. In der abgetrennten Seife bleibt jedoch durch Emulsionsbildung eine große Menge von Neutralöl zurück, dessen Entfernung große Schwierigkeiten bereitet.

Es wurde gefunden, daß die durch Wasserzusatz entstehende Seifenlösung nur wenig Neutralöl aufnimmt, wenn man bei dem Reaktionsgemisch Seife-Neutralöl-Wasser-Alkohol jede Spur von freiem Ätzalkali ausschließt. Schon wenn im Lösungswasser nur 0,2 % freies NaOH vorhanden sind, enthält die gewonnene Seife bereits 12 % unerwünschte Neutralöle. Bei einem NaOH-Gehalt von 5 % steigt der Neutralölgehalt der Seife sogar auf 28 %. Ein Überschuß von Soda oder Natriumbicarbonat ist auf die Menge des in der wässerigen Seifenlösung vorhandenen Neutralöls ohne Einfluß.

Neben der Abwesenheit von freien Alkalihydroxyden ist auch die Menge des zur Seifenabtrennung benutzten Wassers bzw. wässerigen Alkohols von Bedeutung. Bei Verwendung geringer Wassermengen hält die Seifenemulsion in zunehmendem Maße Neutralöle zurück. Behandelt man beispielsweise zur Trennung von je 1000 g eines 10 % Natronseife enthaltenden Reaktionsgemisches mit 250 ccm Wasser, so hält die ausgesalzene Seife 25 % Neutralöl zurück. Bei Verwendung

von 500 ccm Wasser belüftet sich der Neutralölgehalt noch auf 19 %. Auch bei einer Wassermenge von 1 000 ccm enthält die Seife immer noch 5 % Neutralöle. Erst durch Verwendung von 1200 ccm Wasser pro 1000 g Reaktionsgemisch läßt sich der Neutralölgehalt der abgeschiedenen Seife auf weniger als 3 % herabdücken.

Das zur Borgumnahme der entstandenen Seife verwendete Wasser erhält in bekannter Weise einen Zusatz von 10 - 15 % Athylalkohol. Durch den Alkoholzusatz wird eine unerwünschte Emulsionsbildung vermieden. Anstelle von Alkohol können auch andere Stoffe mit schaumzerstörenden Eigenschaften verwendet werden. Durch den Wasserzusatz entstehen zwei Flüssigkeitsschichten, von denen die obere aus Kohlenwasserstoffen (Neutralöl) besteht, während sich darunter eine Seifenlösung abscheidet. Beide Schichten werden durch einen Scheidetrichter oder andere geeignete Vorrichtungen voneinander getrennt.

Aus der Seifenlösung wird zunächst der Alkohol abdestilliert. Danach versetzt man die heiße Lösung mit einer ausreichenden Menge von Nacalsalz und läßt abkühlen. Hierbei scheidet sich ein auf der Lösung liegender Seifenkuchen ab. Er wird von anhaftender Flüssigkeit abgepreßt und in der üblichen Weise getrocknet. Die erhaltene trockene Seife enthält weniger als 3 % Neutralöl. Arbeitet man demgegenüber bei der Seifen-Isolierung mit wässrigen Lösungen, die auch nur spurenweise freie Alkalihydroxyde enthalten, dann läßt sich der Neutralölgehalt auch nicht annähernd bis auf diesen Wert herabdücken.

Aus dem nachstehenden Ausführungsbeispiel sind weitere Einzelheiten ersichtlich.

Ausführungsbeispiel 1:

Einem synthetisch gewonnenen Gemenge aus Natronseifen und aliphatischen Kohlenwasserstoffen, bestehend aus ca. 25 kg Natronseifen und ca. 30 kg Paraffinkohlenwasserstoffen $C_{10} - C_{18}$ wurden 200 Liter Wasser und 40 Liter 50 %iger Athyl-

alkohol zugesetzt und das Gemisch danach noch weitere 10 Minuten lang gut durchgerührt. Hierauf erwärmte man die Flüssigkeit auf etwa 60°C, wobei zwei voneinander scharf getrennte Schichten entstanden. Die obere Schicht enthielt das vorhandene Neutralöl und wurde abgetrennt. Die untere Schicht bestand aus einer wässrig-alkoholischen Seifenlösung. In einen Destillierkessel wurde sie vom Alkohol befreit. Hierbei ergaben sich als Destillat 40 Liter wässriger Alkohol, der in den Verfahrenskreislauf zurückkehrte.

Aus der alkoholfreien wässrigen Lösung wurde die Seife mit 10 Kg Kochsalz ausgesalzen. Nach 24 Stunden konnte ein Seifenkuchen abgehoben werden, der von der anhaftenden Salzlösung abgepreßt und darauf getrocknet wurde. Man erhielt insgesamt 24 kg Rohseife, deren Gehalt an Neutralöl sich auf nur 1,2 % belief.

Ausführungsbeispiel 2:

Man unterwarf 132 kg eines Gemisches aus Kohlenwasserstoffen und Fettalkoholen der Molekülgröße $C_{14} - C_{19}$ (mittlere Molekülgröße $C_{16,2}$), das eine OH-Zahl von 75 aufwies und 33,1 % Fettalkohole enthielt, in an sich bekannter Weise der Alkalischmelze. Aus dem hierbei entstehenden Reaktionsprodukt wurden ca. 55 kg der vorhandenen Kohlenwasserstoffe durch Destillation entfernt.

Der verbleibende Rückstand lieferte annähernd 80 kg Rohseife, welche in 360 l Wasser und 40 l verdünntem Äthyl-Alkohol gelöst und durch ~~Einleitung von Kohlensäure auf~~ einen pH-Wert von 9,1 gebracht wurde. Hierauf ließ man das Gemisch bis zur vollständigen Klärung stehen und zog die klare Seifenlösung von dem darüber stehenden Neutralöl ab. Durch Aussalzen wurden aus der Seifenlösung 66 kg Kernseife mit ca. 35 % Wasser gewonnen. Die Neutralisationszahl der aus dieser Seife in Freiheit gesetzten Fettsäuren belief sich auf 209, während die Hydroxylzahl bei 0 lag. An Neutralöl wurden ca. 30 kg erhalten.

Zur Einstellung des gewünschten pH-Wertes können anstelle von Kohlensäure auch Fett- oder Mineralsäuren Verwen-

dung finden.

Das erfindungsgemäße Verfahren hat sich besonders bewährt bei der Aufarbeitung von durch Aldehydoxydation aus Olefinkohlenwasserstoffen gewonnenen Fettsäuren. Es ist aber auch für Seifengemische geeignet, die auf dem Wege der Alkalischmelze erhalten werden.

Patentansprüche

1.) Verfahren zur Abtrennung von Natronseifen aus Kohlenwasserstoffhaltigen Seifengemischen mit Hilfe von Wasser oder wässrigen Alkohollösungen, dadurch gekennzeichnet, daß die Seifenabtrennung als alkalihydroxydfreien Reaktionsgemischen mit einer Wassermenge oder wässrigen Alkoholmenge vorzunehmen wird, die annähernd 10 bis 15 mal größer ist als das Gewicht der abzutrennenden Seife.

2.) Verfahren nach Anspruch 1, dadurch gekennzeichnet, daß dem zur Seifenabtrennung verwendeten Wasser oder Alkoholgemisch schaumzersetzende Stoffe zugesetzt werden.

RU ROMMEL AZTIENGESELLSCHAFT
Herrn Dr. Hagemann i. V. Förster