

Dr. H. Schönfeld

*Fett*

Chemie und Technologie

Der Fette

und Fettprodukte.

~~074~~

2. Aufl. Band IV, S.176, (1939)

411

e) Die Carbonatverseifung.

Die Neutralisation der Fettsäuren mit Alkalkarbonaten bezeichnet man als Carbonatverseifung. Eine eigentliche Verseifung der Neutralisette mit Carbonat ist damit nicht gemeint, obgleich eine solche Reaktion möglich ist.

Wenn auch Kalkcarbonat eine schwächere Säure als Fettsäure ist, so ist die Aufklärung der Carbonatverseifung von gewissen Bedingungen abhängig. Die Neutralisation einer Fettsäure mit Alkalkarbonat läßt an die umgekehrte Reaktion denken, die auf S. 164 behandelt wurde, die Klärung von Kalkmilch auf Seife. Dapf ist gezeigt worden, daß diese Reaktion begrenzt ist und daß der Zersetzunggrad der Seife von der Seifenkonzentration und von der Löslichkeit des Kalksalzes in der Seifenlösung abhängt.

Aus dieser Betrachtungen folgt, daß die Carbonatverseifung nur bei Seifenkonzentrationen durchgeführt werden kann. Bei einer niedrigeren Temperatur ist die Löslichkeit des Kalksalzes in der Seifenlösung schon groß genug, um die Reaktion praktisch ungenutzbar zu machen.

Die Auswertung der Kalkcarbonate wird durch die Anwendung von Rührvorrichtungen erleichtert. Von allen Rührvorrichtungen sind die Luftgebläse am wirksamsten. Man einem getriebenen Rührpflöck könnte unter Umständen

\* H. KUNZE: ZEFFERER, Erdminder-Ztg. 14, 114, 127 (1928). — H. L. SMITH: Journ. Soc. Chem. Ind. London 41, 377 T (1922). — D. BARANTY u. J. IRSHOWITZ: Journ. Soc. Chem. Ind. (transl. Madhavao Shirovaja Djo) 18 (1926), ab. aus Seifen-Ztg. 14, 143 (1928).  
\* Fall. W. 1922, ab. nach Erdminder-Ztg. 66, 265 (1928).

Die Carbonatverwitterung auch bei Temperaturen unter  $100^{\circ}$  vorgenommen werden, weil durch das ständige Durchleiten von Luft das Kohlendioxyd theoretisch vollständig aus der Seife ausgetrieben werden kann.

Allerdings ist es mit technischen Mitteln nicht möglich, besonders bei den dünnen Seifenmassen, die bei der Carbonatverwitterung erhalten werden, das Kohlendioxyd vollständig zu verjagen. Deswegen ist die Neutralisation technisch niemals vollständig, so daß man, um Carbonatverlust zu vermeiden, immer mit einem geringen Überschuß von Fettsäure (3–10%) arbeitet. Die aus der Carbonatverwitterung erhaltene Seifenmasse sind also stets sauer und enthalten außerdem noch das Neutralblei, das alle technischen Fettsäuren begleitet. Diese Seifenmassen müssen deshalb einer Nachverwitterung mit Alkalkalilauge unterzogen werden.

Die Klumpenbildung tritt bei der Carbonatverwitterung sehr leicht auf, woran die hohe Zähigkeit der Masse, die überschüssigen Fettsäure und das Neutralblei schuld sind. Beschleunigter entstehen einen Teil des Carbonats oder der Fettsäure der Reaktion und müssen auf jede Weise vermieden werden. Der gangbarste Weg ist der Zusatz von Kochsalz, denn bei einer gewissen Elektrolytenkonzentration können Klumpen nicht mehr entstehen (s. S. 171). Aus demselben Grunde muß also zu hohe Wassermenge im Kessel verhütet werden. Diese Verhütung ist bei der Verwitterung von Coccollettsäuren, mit welchen bekanntlich (s. S. 177) die Klumpenbildung bei höheren Seifenkonzentrationen sehr leicht stattfindet, besonders geboten. Man muß also bei der Arbeit mit Coccollettsäuren besonders aufpassen, möglichst wenig Wasser zu verwenden. Man verfährt in der Weise, daß man nicht die ganze zum Lösen des Carbonats nötige Wassermenge von Anfang an zusetzt, sondern nur einen Teil dergleichen. Man läßt auf diese Weise einen Teil des Carbonats —  $\frac{1}{2}$ , oder  $\frac{1}{3}$  — ungelöst in der gewässigten Lösung. Die Auflösung dieser Carbonatmenge erfolgt während der Neutralisationsreaktion.

Die Seifenmasse pflegt während der Carbonatverwitterung sehr stark anzuzugeln. Dies geschieht besonders, wenn sich über der sauren Masse ein dünner Seifenfilm sammelt, der mit dem Kohlendioxyd stabile Schäume bildet. Die Anwendung einer geringen Wassermenge hilft gegen die Schaumbildung, weil die Konsistenz der Masse nicht unter einen gewissen Betrag fallen kann.

Die Endverwitterung mit kautschukigen Laugen erfolgt wie bei der direkten Verwitterung von Neutralbleien. Nachdem die überschüssige Fettsäure neutralisiert ist, schließt die Endverwitterung des Neutralbleies mit derselben Geschwindigkeit ab wie bei der Neutralbleiverwitterung.

## B. Das Sieden der Seife im Kessel. Die Kürzung.

Nachdem die Hauptmenge des Fettes verzeift ist, braucht das Weiter-sieden der Seife ausschließlich das vollständige Verzeifen der letzten Fettsäuren. Diese Operation, welche sich in einer homogenen Masse vollzieht, wird als „Sieden im Lein“ bezeichnet.

Da die Seifenmasse dünnflüssig und gut beweglich ist, muß er einen gewissen Elektrolytengehalt haben. Bei der Besprechung des Einflusses von Elektrolyten auf die Viskosität von Seifenlösungen ist gezeigt worden, daß mit zunehmendem Elektrolytengehalt die Viskosität, nach Durchlaufen eines Minimums im Gebiet niedriger Elektrolytenkonzentrationen, wieder steigt, ein Maximum erreicht und dann nachher zu niedrigeren Werten sinkt. Kurz darauf schließt sich die Ausnahmegruppe der Seife an. Von diesem zweiten Sinken der Viskosität bei niedrigen Elektrolytenkonzentrationen wird beim Sieden der Seife Gebrauch

Oberhausen-Holten, den 30.8.1941.

420

Abt. Fl. Res./Fa.-

*J. Hansen*

0054

Herrn Prof. M a r t i n .

0413

Prüfungsausschuss:

In Hinblick auf die bevorstehenden Besprechungen mit der I.G. über die Seifenherzeugung möchte ich den heutigen Stand unserer Arbeiten hierüber darlegen.

Seitdem bei uns nach der Herstellung der ersten Fettsäure mit deren Überführung in Fettsäuren begonnen wurde, haben wir zunächst ausschließlich und bis zuletzt vorwiegend nur den Weg über die Oxydation bearbeitet. Die Erklärung hierfür liegt in der auf dem ersten Blick bestehenden Einfachheit der Fettsäurebildung durch Aldehydoxydation. Erst nachdem es trotz aller Mühe nicht gelingen wollte, auf diesem Wege zu befriedigenden Erzeugnissen zu kommen, haben wir vor einiger Zeit auch die zweite Möglichkeit, die Alkalischmelze, mit herangezogen. Sowohl wegen dieses Zeitunterschiedes, als auch wegen der Schwierigkeiten in der Beschaffung der für die Alkalischmelze erforderlichen Rührautoklaven ist der Entwicklungsstand der beiden Verfahren bei uns zur Zeit nicht gleich.

Die Oxydation ist jetzt soweit durchgearbeitet, dass wir angeben können, wie man auf diesem Wege zu im wesentlichen befriedigenden Erzeugnissen kommt.

Bei der Alkalischmelze dagegen sind wir noch nicht soweit. Die Fertigmachung derartiger Rohseifen ist noch nicht genügend entwickelt. Die Qualität der Hydrierseifen ist jedoch sehr erfolgversprechend, besonders was Farbe und Geruch angeht. Ich habe daher veranlasst, dass die Gewinnung von fertigen Hydrierseifen unter Anwendung unserer bisherigen Erfahrungen in Angriff genommen wurde. Die ersten Proben werden bald vorgelegt werden können. Ein Vergleich der beiden Verfahren ergibt nicht ohne weiteres eine klare Überlegenheit des einen oder anderen, wie folgende Übersicht zeigt.

A. Oxydation:

Vorteile:

- 1) Verfall einer Hochdruckstufe,
- 2) einfache Apparatur für die Oxydation, anstatt Rührautoklaven,

- 3) Neutralisation mit Soda statt mit Hydroxyd,
- (4) Möglicherweise eine massige Abtrennung der Neutralöle vermeidbar, jedoch noch nicht genügend bearbeitet).

#### Vorteile:

- 1) Besondere Regeneration des Kators erforderlich,
- 2) Sauerstoff der Aldehyde erforderlich,
- 3) hartnäckig anhaftender, charakteristischer Geruch,
- 4) schwache Färbung der Seife bisher unvermeidlich.

#### B. Alkalischmelze:

##### Vorteile:

- 1) Glatte Arbeiten der Oxo-Synthese ohne Regenerationsschwierigkeiten beim Kator.
- 2) Keine Entbleiung erforderlich,
- 3) möglicherweise ohne massige Abtrennung der Neutralöle,
- 4) schneeweiße Seifen,
- 5) möglicherweise nahezu geruchlos, sicher aber geruchlich bessere Seifen als aus der Oxydation.
- 6) Die Anlage kann ohne jede Änderung wahlweise den Rohstoff für Sulfonat oder Seife liefern.
- 7) Betriebsfertige, zur Zeit stillliegende Einrichtungen in Kattowen bereits vorhanden.

##### Nachteile:

- 1) Eine zweite Hochdruckstufe sowie bei Neueinrichtung auch Druckgefäße für die Melze erforderlich,
- 2) Neutralisation mit Hydroxyd statt mit Soda.

Aus verschiedenen Mitteilungen von I.G. und von Henkel wissen wir, dass an beiden Stellen die Alkalischmelze von Oxo-Alkoholen bereits mehr oder weniger eingehend bearbeitet und günstig beurteilt wurde.

Bei Berücksichtigung aller Umstände können wir uns nicht weiter einseitig auf die Aldehydoxydation beschränken, sondern müssen versuchen, möglichst bald auch zu brauchbaren Fertigseifen aus der Alkalischmelze zu kommen. Hierbei werden uns unsere inzwischen bei der Aufarbeitung der Oxydationsseifen gesammelten Erfahrungen vermutlich erheblich bessere Qualitäten liefern, als die beiden anderen genannten Stellen nach allem, was wir wissen, bisher erreicht haben.

*Rue*