

F. B. Müller

0429

Bericht
über die Direktfett säuren der Grossanlage.

A. Ausgangsmaterial.

Beim Laugen der Produkte der Grossanlage bildet sich auf der dafür verwendeten Natronlauge eine dicke Emulsionsschicht. Die Lauge selbst enthält bei der Untersuchung noch 6% freie NaOH, der Gehalt an gelöster Seife war noch nicht hoch, so dass eine Anarbeitung dieser noch nicht aufgebrauchten Lauge zunächst zurückgestellt wurde. Die auf der Waschlauge schwimmende Emulsionsschicht stellt eine zähflüssige dunkle Masse vor, deren Gehalt an freiem Alkali sehr gering (unter 1%) war und deren Fettsäuregehalt ca. 30% betrug. Die Anarbeitung wurde somit auf diese obere Emulsionsschicht beschränkt.

Die aus dieser Emulsion durch Ansäuern gewinnbaren rohen Fettsäuren zeigen folgende Daten:

VZ : 102
OH.Z : 37.

Bei einer mittleren Molekülgröße von C_{12} entspricht die Verseifungszahl ca. 36% Säure. Die OH.Zahl wird, wie aus später folgenden Untersuchungen hervorgeht, teils von höheren Alkoholen, teils von Oxyfett säuren hervorgerufen. Der Anteil an höheren Alkoholen liegt bei ca. 10% bezogen auf die Emulsion. Der Rest des unverseifbaren besteht aus Neutralöl (Paraffinen und Olefinen). Die Farbe dieser rohen Fettsäuren ist dunkelbraun bis schwarz; sie enthalten ausserdem noch Wasser emulgiert (ca. 1%). Die aus diesen Rohfett säuren durch Acetonextraktion der getrockneten Natronseifen gewinnbaren Fettsäuren zeigen folgende Daten:

NI = 286
VZ = 290
OH.Z = 28
D₂₀ = 0,906
Steckp. = + 8,5°C

Die mittlere Molekülgröße dieser Fettsäuren liegt bei ca. C_{12} .

Durchschnitt

die niedrigste C-Zahl wahrscheinlich bei C₁₈. Der Gehalt an Oxyfettsäuren beträgt vermutlich ca. 10%. Der Verzweigungsgrad der Fettsäuren dürfte ungefähr demjenigen der Oxofettsäuren aus Normal- und Mitteldruckolefinen entsprechen. Der Geruch ist sehr milde.

B. Veränderungsmöglichkeiten:

1). der Rohfettsäuren .

a). Das Infrarotgesetz der Rohfettsäuren mit Mineralsäuren führt nur zu niedrigprozentigen Fettsäuren, wie bereits unter A. Absatz 2 beschrieben wurde.

b). Ansalzen mit Kochsals verfertigt die Emulsion als Ganzes und ergibt salzhaltige, Öl- und alkoholhaltige Seifen, deren Fettsäurezusammensetzung die gleiche ist wie unter a).

c). Destillation der Emulsion im Vakuum bis 250° C ergibt eine salzfreie Rohseife, deren Fettsäuren durch folgende Daten gekennzeichnet sind:

VI : 109
OH.Z : 37.

Durch die Destillation ist nur sehr wenig Unverseifbares (Neutralöl und Alkohole) aus der Seife entfernt worden.

d). Bessere Rohfettsäuren wurden erhalten bei der Anarbeitung der Emulsion mit Wasser unter Zusatz von Äthylalkohol (ca. 10%). Die Emulsion liess sich so in zwei Schichten trennen. Obere Schicht ca. 12% der Emulsion als Neutralöl mit folgenden Kennzahlen:

VI = 0,5
OH.Z = 8.

Untere Schicht: wässrig-alkoholische Seifenlösung, aus der durch Ansäuern ca. 30% Fettsäuren, bezogen auf die eingesetzte Emulsionsmenge, gewonnen wurden mit den Kennzahlen:

VI = 186
OH.Z = 102.

Nach dem Ansäuern der Rohfettsäuren konnte die alkoholisch-wässrige Mutterlauge ein zweites und drittes Mal benutzt werden,

ohne Zwischendestillation des Äthylalkohols. Die Durchführung dieser letzteren Methode ist sehr einfach in einem Rührwerk auszuführen. Nach mehreren Chargen muss aus der Mutterlauge durch Destillation der Alkohol zurückgenommen werden, da der steigende Salzgehalt die Löslichkeit der Seife herabdrückt. Für die Destillation wäre also eine Destillierblase oder Kalenne vorzusehen.

2). der gereinigten Fettsäuren.

a). Die nach 1d) gewonnene Rohseifenlösung konnte durch Perforation mit Benzol soweit extrahiert werden, dass durch Ansäuern gereinigte Fettsäuren mit folgenden Kenndaten gewonnen wurden:

NS	=	217
VE	=	221
OH.Z	=	46
D ₂₀	=	0,888
Stp.	=	+ 4 ⁰

Die Farbe dieser Fettsäuren ist genau so dunkel, wie die der Rohfettsäuren. Die Hydroxylzahl ist stark zurückgegangen, da die Alkohole sich im Extrakt befinden und gegebenenfalls daraus gewonnen werden können.

b). Mit Perhydrol lässt sich diese gereinigte Fettsäure aufhellen und ergibt gebleichte gereinigte Fettsäuren von orangeroter Farbe mit folgenden Kenndaten:

NS	:	216
VE	:	238
OH.Z	:	29
D ₂₀	:	0,898
Stp.	:	+ 3,5 ⁰

c). Durch Vakuumdestillation wurden hellgelbe Fettsäuren erhalten, die jedoch einen leichten Krackgeruch aufwiesen. Die Kenndaten sind folgende:

NS	:	227
VE	:	250
OH.Z	:	12
D ₂₀	:	0,889
Stp.	:	+ 1 ⁰

Durchschnitt

432

Bei dieser Vakuumdestillation blieben die höchstmolekularen und Oxyfettäuren im Destillationsrückstand, wodurch eine Erklärung der höheren Verseifungszahl und der niedrigeren OH-Zahl gegeben erscheint.

4). Praktizierte Vakuumdestillation der Fettäuren bei Drücken unter 1 mm mit Wasserdampf werden aller Wahrscheinlichkeit nach noch bessere Fettäuren liefern. Von der Ausführung musste jedoch Abstand genommen werden, da eine entsprechende Apparatur nicht zur Verfügung stand.

Für die Anarbeitung der Emulsionen auf technisch verwertbare Fettäuren durch einfache Arbeitsgänge kommt von den vorstehend aufgeführten Möglichkeiten die unter B. 1d) beschriebene in Frage. Man erhält eine Rohfettäure, die sich für die Herstellung von konsistenten Fetten in Mischung mit Spindelöl eignet.

Zur Herstellung von Seifen ist diese Rohfettäure weniger gut geeignet. Hierfür müsste die Rohfettäure noch einer Benzol-Extraktion unterworfen werden. Gegebenenfalls könnte hieran sich noch eine Aufhellung anschließen. Die Seife wäre als Waschmittel für Berufskleidung geeignet. Zur Herstellung von Feinseifen müssten noch weitere Reinigungsgänge angeschlossen werden.

C. Die Erzeugnisse:

1) Fettäuren:

Rohfettäuren
VZ : 186
OH.Z : 102

Ger. Fettäuren

VZ : 221
OH.Z : 46

Ger. Fettäuren gebleicht

VZ : 238
OH.Z : 29

Ger. Fettäuren destilliert

VZ : 250
OH.Z : 12

2) Konsistente Fette:

auf Rohfettäuregrundlage

Stauferfett
auf Ge-Rohseifengrundlage
50% Rohfettäure, 32% Spindelöl

auf gereinigter Fettäure-
grundlage

Heisslagerfett
auf Na-ger.Fetts.Seifengrund-
lage
8% ger. Fettsäure, 92% Spin-
delöl

Durchschrift

440
0133

8,9% Wasser
9,4% Asche
0,64% $\text{Ca}(\text{OH})_2$ -Überschuss
Tropfp.: 82,5°

0,8% Wasser
1,0% Asche
NE = 0
Tropfp.: 125°

Heisslagerfett
auf Na-Rohseifengrundlage
10% Rohfettäre
90% Spindelöl
1,0% H_2O
1,2% Asche
NE = 0 Tropfp. 130°

Heisslagerfett
auf Na-Rohseifengrundlage
15% Rohfettäure
85% Spindelöl
1,2% H_2O
2,0% Asche
NE : 0
Tropfp.: 141°

Heisslagerfett
auf Na-ger.Fettsäuregrundl.
15% ger. Fettsäure
85% Spindelöl
< 1,0% H_2O
2,9% Asche
NE : 0
Tropfp.: 136°

3). Seifen:

- a) aus Rohfettäuren: dunkelgefärbte Seife, die stark riecht und einen bräunlichen Schaum ergibt. Ungeeignet als Seife.
- b) aus gereinigten Fettsäuren (Benzin-Extraktion): dunkelgefärbt, gut schäumend, schwächerer Geruch, geeignet zum Reinigen stark verschmutzter Hände und von Berufskleidung.
- c) aus gereinigten gebleichten Fettsäuren: heller gefärbt, nicht gut schäumend, ausser der helleren Farbe keine Vorteile gegen b).
- d) aus gereinigten, destillierten Fettsäuren: helle Farbe, gute Schaumkraft.

Interessanz die auf der nicht ausgebrachten Waschlinge schwimmende Emulsion konnte in einfacher Weise auf Rohseifenlösung und durch Benzinextraktion dieser Rohseifenlösung auf eine dunkel gefärbte gereinigte Fettsäure aufgearbeitet werden, die sich als Ausgangsmaterial für konsistente Fette eignet. Gegebenenfalls lässt sich aus dieser gereinigten Fettsäure eine zum Waschen von Berufskleidung und stark verschmutzten Händen geeig-

Durchschnitt

Chemische Aktiengesellschaft
Oberhausen-Holten

441
434

note, Anzahl gefärbte Seife gewinnen.

Brücker