

1138

Verfahren zur Gewinnung von Fettsäure-Alkylverbindungen

218

Bei der Herstellung von Kohlenwasserstoffen auf dem Wege der katalytischen Kohlenoxydhydratierung entstehen stets auch geringe Mengen von niederen und höheren Carbonsäuren. In ihrer Entfernung hat man die Syntheseprodukte bereits mit alkalischen Lösungen, insbesondere mit Natronlauge, gewaschen. Hierbei ergeben sich Lösungen von fettsauren Natriumsalzen, die man wegen ihrer geringen Konzentration meist als Abfallprodukt behandelte.

Es wurde gefunden, daß man wertvolle aus der Gewinnung von Seifen geeignete Fettsäure-Verbindungen gewinnen kann, wenn die Behandlung der Syntheseprodukte nicht mit einer verdünnten Alkalilauge durchgeführt wird, wie sie etwa dem vorhandenen Fettsäuregehalt entspricht (z.B. 1 - 2 % NaOH), sondern mit einer saurem, konzentrierten Lauge von etwa 10 % NaOH, wobei diese Saurelauge solange wiederholt zur Behandlung der sauren Syntheseprodukte Anwendung findet, bis das vorhandene und gegebenenfalls noch zugegebene Alkali fast völlig neutralisiert ist. Hierbei erweist es sich als vorteilhaft, wenn die Waschung abgebrochen wird, sobald der Gehalt an Alkali auf etwa 1 % gesunken ist. Von der Waschlauge werden nicht nur die vorhandenen freien Carbonsäuren, sondern (emulsionsförmig) auch größere Mengen von Neutralisat abgetrennt.

In Anbetracht der physikalischen Natur der Emulsionsteilnehmer werden solche Waschungen zweckmäßig bei erhöhter Temperatur ausgeführt, z.B. bei 30 - 70 °, wenn man dann Lauge, welche entsprechend genügend konzentriert und neutralisiert ist, z.B. beispielsweise auf 15 - 20 ° abkühlt, schließt sich die meisten fetten Alkaliverbindungen (Seifen) weitgehend in Form einer obersten Klasse aus. Hieraus läßt sich durch Behandlung mit verdünnter Schwefelsäure eine Rohfettsäure gewinnen, die noch größere Mengen von unverseifbaren Bestandteilen enthält, welche bei der Gewinnung aus den Syntheseprodukten aufgenommen wurden.

Das gewonnene Fettsäuregemisch ist in hervorragender Weise zur Herstellung von Alkaliseifen geeignet. Hierbei kann in sich bekannter Weise die vorhandenen unverseifbaren Bestandteile

(Neutralis) abgetrennt werden.

Das kann sowohl die gesamten Syntheseprodukte der erfindungs-
gemäßen Langzeitbehandlung unterworfen, als auch nur bestimmte vorher
durch Destillation herangezogene Fraktionen von den vorhandenen
Fettsäuren betreffen. In diesem Fall lassen sich Fettsäuren gewinnen,
deren Molekulargröße innerhalb eines ziemlich engen Bereiches liegt,
während man bei der Verarbeitung der gesamten Syntheseprodukte bei-
spielsweise Fettsäuren von C_{14} bis C_{20} erhält, 15% sich durch eine
alkalische Behandlung von Diäcyliden ein Fettsäuregemisch isolieren, des-
sen Molekulargröße zwischen C_{10} und C_{14} liegt.

Die weitere Einzelheiten sind aus dem nachstehenden Ausfüh-
rungsbispiel ersichtlich.

Ausführungsbeispiel 1:

In einem 25-litrischen 4500 kg eines Chloroformes der handels-
üblichen Kohlenwasserstoffverbindung, das eine Neutralisationszahl von 1,2
aufweist, bei mindestens $30^{\circ}C$ mit 1000 kg 10-facher Natriumlange in einer
Rührvorrichtung intensiv durchgerührt. Die erhaltene Mischung ge-
läßt in einem Schmelzapparat, wo sich das Öl von der Länge trennt.
Die verbleibende Masse (Natriumlange) wurde von neuem mit der gleichen
Menge Chloroform der Mischungsvorrichtung zugeführt. Die jeweils anfallende
Kohlenwasserstofffraktion entfernte man fortwährend aus dem Reaktions-
gefäß.

Nach 24 Stunden war der Koch-Gehalt der verbleibenden Natrium-
lange auf unter 1% gesunken, wobei ihr Volumen auf etwa 1000 Liter
anstieg. Die verbleibende neutralisierte Länge wurde auf $30^{\circ}C$ abge-
kühlt. Hierbei schied sich annähernd 1300 kg einer halbfesten Masse
ab. Man wuschern mit verdünnter Schwefelsäure schied man eine Koh-
lenwasserstofffraktion, deren Verteilungszahl sich auf 1,25 beläuft, während die
Natriumlange bei 37 lag. Die Masse enthält 50% unversehrte und
versetzte, nach deren Abtrennung enthält man ein Fettsäuregemisch
mit der Schwerezahl 110, dessen mittleren Molekulargewicht bei 775 liegt.
Die Molekulargröße der darin enthaltenen niedrigsten Fettsäure lag bei
 C_{14} , diejenige der höchsten Fettsäure bei C_{20} .

Ausführungsbeispiel 2:

Von einer Mischung zwischen $340 - 350^{\circ}C$ stellten sich
diese Neutralisationszahl bei $0,6$ lag, wurde ebenfalls 4500 kg
insgesamt 1000 kg wiederholt annähernd 10-facher Natriumlange
auf $30^{\circ}C$ behandelt. In einem nachgeschalteten Schmelzapparat
die neutralisierte Kohlenwasserstofffraktion von der nur 1%

verwendeten Retortanlage abgestreut, werauf die Lauge zur Behand-
lung weiterer Kohlenwasserstoffmengen dient. Nachdem die Lauge
48 Stunden fortlaufend benutzt worden war, wurde sie auf un-
gefähr 20°C abgekühlt. Hierbei schied sich eine mit Kohlenwasser-
stoffen und höheren Alkoholen vermischte Seife aus, die nach
Entfernung des Unverseifbaren bei der Scharbehandlung ein Fett-
säuregemisch mit dem mittleren Molekulargewicht 200 lieferte.
Die Verseifungszahl lag bei 265. Es handelte sich um Fettsäuren
der Molekülgröße C₁₀ bis C₁₆ mit einer mittleren Molekülgröße
von C_{12,4}.

Patentansprüche

1.) Verfahren zur Gewinnung von Carbonsäure-Alkaliverbindungen durch alkalische Zersetzung von Kohlenoxydhydratisierungsprodukten, d a s d u r c h g e k e n n z e i c h n e t , d a ß man zur Zersetzung annähernd 10-%ige Alkallösungen verwendet und diese, gegebenenfalls unter Zufuhr von weiterem Alkali, solange wiederholt zur Behandlung der sauren Syntheseprodukte benutzt, bis das vorhandene und gegebenenfalls nachgegebene Alkali fast völlig beispielsweise bis auf annähernd 1 % freies Alkali, neutralisiert ist, worauf laugenunlösliche Konzentrate von Alkali-Carbonsäureverbindungen, vornehmlich durch Abkühlung, ausgeschieden werden.

2.) Verfahren nach Anspruch 1, d a s d u r c h g e k e n n z e i c h n e t , d a ß man zur Gewinnung von Carbonsäure-Alkaliverbindungen eine bestimmten Molekularbereiches entsprechend herausgeschnittene Fraktionen der Endprodukte behandelt.

RUHRCHEMIE AKTIENGESELLSCHAFT

ge. Magemann

1. 2. 3. 4.