

37a

7596

Kurzbez.: Abtrennung von Seifen aus Reaktionsgemischen, die Kohlenwasserstoffe enthalten, mit hohem Alkohol-Wasser-Überschuss

RUHRCHEMIE AKTIENGESELLSCHAFT

Oberhausen-Holteln, den 4.11.1942

Pat.-Abt. Ham/Bü/Am/Roe.
R 640

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 Emulsionstrennung 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 1 000 g eines 10 % Natronseife enthaltenden Reaktionsgemisches mit 250 ccm Wasser, so hält die ausgesalzene Seife 25 % Neutralöl zurück. Bei Verwendung

von 500 ccm Wasser beläuft 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 1 000 g Reaktionsgemisch lässt sich der Neutralölgehalt der abgeschiedenen Seife auf weniger als 3 % herabdrücken.

Das zur Herausnahme 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 spurenweise 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 wässerig-alkoholischen Seifenlösung. In einem Destillierkessel wurde sie von Alkohol befreit. Hierbei ergaben sich als Destillat 40 Liter wässriger Alkohol, der in den Verfahrenskreislauf zurückkehrte.

Aus der alkoholfreien wässerigen 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 $\text{C}_{14} - \text{C}_{19}$ (mittlere Molekülgrösse $\text{C}_{16,2}$), das eine OH-Zahl von 75 aufwies und 33,1 % Fettalkohole enthielt, in an sich bekannter Weise der Alkalischemelze. 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 vergälltem Äthylalkohol 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 65 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 wässerigen Alkohollösungen, d a d u r c h g e - k e n n z e i c h n e t , dass die Seifenabtrennung aus alkalihydroxyfreien Reaktionsgemischen mit einer Wassermenge oder wässerigen Alkoholmenge vorgenommen wird, die annähernd 10 bis 15 mal grösser ist, als das Gewicht der abzutrennenden Seife.

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 dem zur Seifenabtrennung verwendeten Wasser oder Alkoholgemisch schaumzersetzende Stoffe zugesetzt werden.

RUHRCHEMIE AKTIENGESELLSCHAFT