

Kurzbez.: Extraktion von Fettsäuren in Form von vorher daraus
hergestellten sauren Seifen

RUHRCHEMIE AKTIENGESELLSCHAFT Oberhausen-Holtien, den 22.12.1942

Pat.-Abt. Ham/Am
R 649

Verfahren zur Reinigung synthetischer Fettsäuren

Zur Reinigung von Rohfettsäuren kann man die unreinen Säuregemische bekanntlich zunächst mit Soda oder Natronlauge verseifen. Die entstandenen Seifenlösungen werden sodann durch Extraktion mit Benzin oder anderen Lösungsmitteln von ihren Verunreinigungen, d.h. von den noch vorhandenen Kohlenwasserstoffen (Neutralöl) und von bei der Oxydation entstandenen unerwünschten Nebenprodukten, wie z.B. von Estern, höheren Alkoholen, Oxysäuren usw. befreit. Zur Vermeidung von Emulsionsbildungen, welche den Betrieb wesentlich erschweren und zu einem erheblichen Fettsäureverlust führen, hat man den zur Behandlung kommenden Seifenlösungen bereits niedere Alkohole, z.B. Äthyl-, Propyl- oder Butylalkohol zugesetzt.

Nach der Extraktion der Seifenlösung setzt man die Fettsäuren durch Zugabe von Mineralsäure wieder in Freiheit. Darauf erfolgt durch Destillation eine Abtrennung des noch vorhandenen Alkohols und der zurückgebliebenen Extraktionsmittel-Reste.

Eine derartige Fettsäure-Raffinierung weist ausserordentliche Mängel auf. Besonders nachteilig ist der hohe Alkali- und Säureverbrauch, den die Herstellung und Zersetzung der als Zwischenprodukt entstehenden Seifen erfordert. Es war trotzdem bisher nicht möglich, die Fettsäure-Raffinierung auf anderem Wege, z.B. durch unmittelbare Behandlung der Fettsäure vorzunehmen, weil unter den bis jetzt verwendeten Arbeitsbedingungen freie Fettsäuren im Extraktionsmittel weitgehend löslich sind, was zur Erschwerung des Extraktionsbetriebes und zu Fettsäure-Verlusten führt. Ein weiterer Übelstand der bisherigen Arbeitsweise ist die bei der Extraktion auftretende Emulsionsbildung, welche ebenfalls zu Fettsäureverlusten führt.

und sich bisher nur durch weitgehende Verdünnung der alkoholischen Seifenlösungen mit Wasser vermeiden liess.

Es wurde nun die überraschende Beobachtung gemacht, dass konzentrierte Seifenlösungen diesen Mangel nicht aufweisen, wenn freie Fettsäuren in dem Ausmass und der Konzentration vorhanden sind, dass sich saure Seifen bilden. Man kann in diesem Fall Lösungen mit 25 - 35 % Gesamtfettsäure verarbeiten, ohne dass eine erschwerende Emulsionsbildung auftritt. Unter diesen Umständen wirkt das Extraktionsmittel, insbesondere das hauptsächlich zur Verwendung kommende Benzol nicht auf ^{die} freien Fettsäuren der sauren Seife ein, sondern entfernt tatsächlich nur die unerwünschten Verbindungen. Die Extraktion kann in an sich bekannter Weise in leeren oder mit Füllkörpern gefüllten Gefässen durchgeführt werden.

Besonders vorteilhaft ist es, wenn man die zur Verarbeitung kommenden Seifenlösungen durch Zugabe von Säuren oder Einleitung von Kohlensäure vorher annähernd auf den Neutralpunkt, d. h. auf einen pH-Wert von annähernd 6,5 bis 7,0 einstellt.

Die neue Arbeitsweise besitzt grosse Vorteile, weil die erfindungsgemäss zur Behandlung kommenden sauren Seifen, denen die allgemeine Formel $R.Na.RH$ oder $2.R.Na.RH$ bzw. $R.Na.2.RH$ zukommt, nur die Hälfte oder sogar nur den dritten Teil derjenigen Alkalimenge enthalten, die zur vollständigen Neutralisation der Fettsäure erforderlich wäre. Aus diesem Grunde kommt man bei dem neuen Verfahren mit der Hälfte oder einem Drittel der bisher bei der Fettsäureraffination erforderlichen Alkali- und Mineralsäure-Menge aus. Diese Tatsache führt zu einer erheblichen Verbilligung der Raffinierung.

Ein weiterer Vorteil besteht in der gesteigerten Raum/Zeit-Ausbeute. Während bisher nur Lösungen mit etwa

10 % Fettsäure in Form von Seifen verarbeitet wurden, kann man mit Hilfe des neuen Verfahrens Lösungen raffinieren, die bis zu 35 Vol. % Fettsäure enthalten, von denen nur $\frac{1}{3}$ bis $\frac{1}{2}$ an Alkali gebunden zu sein brauchen. Diese Behandlung ist nur deshalb möglich, weil derart hochkonzentrierte Fettsäure-Seifen-Lösungen einerseits kaum zur Emulsionsbildung neigen und andererseits die vorhandene Fettsäure unter diesen Konzentrationsverhältnissen im Extraktionsmittel praktisch unlöslich bleibt.

Das Verfahren ist für Rohfettsäuren aller Art geeignet. Besonders grosse Vorteile bietet es bei der Aufarbeitung synthetisch gewonnener Fettsäure-Gemische, wie sie beispielsweise durch Paraffinoxydation oder durch Weiterverarbeitung von Aldehydgemischen entstehen, die durch katalytische Wassergesamlagerung an Olefine erhalten wurden.

Weitere Einzelheiten sind aus dem nachstehenden Ausführungsbeispiel ersichtlich.

Ausführungsbeispiel

In ein ungefähr 3 m hohes, allseitig geschlossenes Gefäss von 30 cm Durchmesser wurden 100 Ltr. einer Lösung gebracht, die 30 Vol. % rohe Fettsäure enthielt. Die vorhandene Fettsäure war annähernd zur Hälfte als Natronseife gebunden, während die andere Hälfte als freie Fettsäure vorlag und mit dem gebundenen Fettsäure-Anteil eine saure Seife bildete. Ausserdem enthielt die Lösung ungefähr 15 % Äthylalkohol.

In das mit der unreinen Fettsäure-Seife-Lösung bis zu annähernd 80 % gefüllte Gefäss wurde durch eine Rohrleitung von etwa 15 mm Lichtweite von unten her Benzin eingeleitet, das zwischen 60 - 100°C siedete. Das Benzin stieg durch die Seifenlösung hindurch nach oben und nahm auf diese Weise alle extrahierbaren Bestandteile, insbesondere die Reste vorhandener Kohlenwasserstoffe (Neutralöl), höhere Alkohole, Ester und sonstige unerwünschte Verbindungen heraus.

Am Kopf des Reaktionsgefäßes wurde das mit den unerwünschten Verbindungen angereicherte Benzin abgezogen und in einen Destillierapparat übergeführt. Das hier verdampfte Benzin wurde in einem Kühler kondensiert und dem Extraktionsapparat von neuem zugeführt.

Die vorgelagte saure Seifenlösung wurde auf diese Weise 20 Stunden lang der Extraktion unterworfen. Darauf liess man sie in einen Rührwerkskessel ab, wo solange Mineralsäure, z.B. Schwefelsäure zugegeben wurde, bis ein pH-Wert von 5,5 - 6,0 erreicht war. Hierbei ergaben sich 38 Ltr. einer aus Fettsäure, Benzin und Äthylalkohol bestehenden Mischung, aus der durch Erwärmung auf annähernd 150°C in einer Destillationsblase das Benzin und der Äthylalkohol abgetrieben werden konnte. Als Destillationsrückstand verblieben 24 kg einer Fettsäure, die eine Verseifungszahl von 280 aufwies und praktisch frei von unerwünschten Verunreinigungen war.

Bei der Destillation des zur Extraktion verwendeten Benzins wurden 3,1 kg Extraktionsrückstand erhalten, der eine Neutralisationszahl von 1, eine Verseifungszahl 50 und eine Hydroxylzahl von 80 aufwies, also praktisch keine Fettsäuren enthielt.

Patentansprüche

1.) Verfahren zur Abtrennung nicht saurer Begleitstoffe von Rohfettsäuren durch Extraktion daraus gewonnener Seifenlösungen gegebenenfalls in Gegenwart von niederen Alkoholen, d a d u r c h g e k e n n z e i c h n e t , dass konzentrierte saure Seifenlösungen, die auf 1 Molekül Seife bis zu zwei Moleküle Fettsäuren enthalten, mit Benzin oder ähnlichen Kohlenwasserstoffen extrahiert werden.

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 die zur Extraktion kommenden Seifenlösungen 20 - 35 % Gesamtfettsäure enthalten.

3.) 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 die zur Verarbeitung

8123

- 5 -

kommenden Seifenlösungen vor der Extraktion durch Zugabe von Säuren oder Einleitung von Kohlensäure annähernd auf den Neutralpunkt eingestellt werden.

RUHRCHEMIE AKTIENGESELLSCHAFT