

**Procédé pour le traitement des paraffines oxydées.**

Société dite : RUHRCHEMIE AKTIENGESELLSCHAFT résidant en Allemagne.

Demandé le 4 décembre 1948, à 11^h 16^m, à Paris.

Délivré le 2 avril 1952. — Publié le 18 juin 1952.

(Brevet d'invention dont la délivrance a été ajournée en exécution de l'article 11, § 7, de la loi du 5 juillet 1844 modifiée par la loi du 7 avril 1902.)

L'oxydation des paraffines donne naissance à un mélange composé d'acides gras inférieurs et supérieurs qui contient, en outre, des quantités plus grandes d'hydrocarbures. Particulièrement précieux sont les acides gras ayant une chaîne de longueur moyenne contenus dans les produits d'oxydation et qui sont utilisés par exemple pour la préparation des savons. Mais les acides cériques avec une molécule contenant plus de 20 atomes de carbone sont aussi des matières premières précieuses pour différentes branches de l'industrie chimique.

Jusqu'ici on n'a, en général, isolé, à partir des paraffines oxydées, que les acides gras. La séparation des acides gras d'avec les parties insaponifiables a lieu la plupart du temps de manière que l'acide gras soit lié à l'alcali, c'est-à-dire saponifié, et les insaponifiables étant ensuite isolés par séparation mécanique en couches, suivie d'une extraction. Dans le traitement des produits d'oxydation des paraffines on a aidé la séparation mécanique entre la couche huileuse et la couche aqueuse par application répétée d'une pression de gaz suivie d'une détente. Pendant la détente, les paraffines cireuses sont amenées à la partie supérieure de la solution aqueuse de savon. Si l'insaponifiable se compose de paraffines à poids moléculaire élevé, c'est-à-dire de paraffines dures, la séparation des hydrocarbures non transformé est très difficile et en partie impossible à réaliser complètement avec les méthodes de travail connues jusqu'ici.

On a trouvé que l'on peut, avec un mélange alcool-eau, extraire, des paraffines oxydées, les acides gras ayant une chaîne de longueur moyenne, par exemple de C⁶ à C²⁰ tandis que les acides cériques supérieurs à C²⁰ restent dedans. Par ce procédé, on obtient à la fois un enrichissement des acides cériques dans la paraffine et une récupération séparée des acides gras in-

féricurs à C²⁰. Ces acides gras forment à cause de leur chaîne linéaire une matière première précieuse pour la préparation des savons synthétiques. Les acides cériques restant dans la paraffine rendent celle-ci plus dure et plus voisine de la cire de lignite de telle sorte qu'elle peut être employée à la place de celle-ci. Si les acides gras des savons restent dans la paraffine, le produit oxydé devient plus mou et a des propriétés adhésives.

Exemple 1.— De la paraffine en plaques ayant un point de fusion de 50 à 52° C a été oxydée, de la manière habituelle, jusqu'à ce que la substance présente un indice de saponification de 106. De cette paraffine oxydée on a réduit en petits morceaux 1 800 gr que l'on a soumis à l'extraction à 45° C avec environ 4 000 m³ d'alcool éthylique à 80%. Du mélange eau-alcool se sont précipités par refroidissement 340 gr d'acides gras qui avaient un indice de saponification de 205 et contenaient encore 7,3% d'insaponifiables. Lors d'une deuxième extraction, on a obtenu 206 gr d'acides gras qui présentaient un indice de saponification de 196 et contenaient encore 7,8% d'insaponifiables. Une troisième extraction a donné encore 46 gr d'acides gras avec un indice de saponification de 152 et 15,1% d'insaponifiables. Au total à partir de la paraffine en plaques oxydées on a extrait 592 gr d'acide gras dont la chaîne comportait en moyenne un nombre d'atomes de carbone voisin respectivement de 15,8, 16,5 et 17,4. Le résidu pesait 1.208 gr et avait un indice de saponification de 33,5 qui correspond à la partie des acides gras ayant un nombre d'atomes de carbone supérieur à 20. D'un équivalent en potasse de 190.000 mg on a extrait 117.200, soit 62%, de l'indice de saponification.

Exemple 2.— On a soumis à l'extraction trois fois à 70° C 200 gr de résine dure oxydée, dont

le point de fusion à l'origine était de 93-95° C et l'indice de neutralisation de 84, avec chaque fois 500 cm³ d'alcool aqueux à 80 %, qui a été dénaturé avec 5 % de méthanol. Il est resté un résidu de 134 gr qui représentait un indice de neutralisation de 30. On a donc extrait 74,37 des acides présents, d'après l'indice de neutralisation, dans la paraffine oxydée, tandis que 23,7 % sont restés dans le résidu. Les acides gras bruts extraits ont été saponifiés avec une lessive aqueuse de soude qui contenait 50 % d'alcool. La solution aqueuse alcoolique de savon ainsi obtenue, après que son pH a été amené à 9,1, a été soumise à l'extraction trois fois avec 300 cm³ d'hydrocarbure en C¹² et trois avec 500 cm³ d'hydrocarbure en C⁷. Puis la solution de savon a été acidifiée avec de l'acide-sulfurique à 25 % et les acides gras précipités alors ont été fondus deux fois sur de l'eau pour éliminer l'alcool retenu.

Les acides gras obtenus présentaient les indices suivants :

Indice de neutralisation : 195;

Indice de saponification : 205;

Indice d'OH : 5;

Point de solidification : + 61° C.

En se basant sur l'indice de saponification, ces acides gras avaient un nombre moyen d'atomes de carbone de 17,2.

Des exemples ci-dessus il résulte qu'il faut lors de l'extraction, opérer suivant le but poursuivi, avec un mélange alcool-eau qui contient 80-90 % d'alcool. Lors d'extractions répétées, on obtient comme le montre l'exemple 1, des acides gras avec un nombre d'atomes de carbone croissant. On peut, ainsi, par des extractions par échelons, arriver à une séparation des acides gras d'après un poids moléculaire croissant.

RÉSUMÉ.

La présente invention a pour objet un procédé pour le traitement des paraffines oxydées présentant les caractéristiques suivantes considérées isolément ou en combinaison :

1° Les paraffines oxydées sont soumises à l'extraction avec un mélange alcool-eau;

2° L'extraction a lieu par échelons et de cette manière on obtient un fractionnement des acides gras;

3° Les mélanges alcool-eau utilisés contiennent 80-90 % d'alcool.

Société dite :

RUFSCHEMUE AKTIENGESELLSCHAFT.

Par procuration :

G. BEAU DE LOMÉNE, André ARMEGACH et G. HOUSSARD.