

MINISTÈRE DU COMMERCE ET DE L'INDUSTRIE.

DIRECTION DE LA PROPRIÉTÉ INDUSTRIELLE.

BREVET D'INVENTION.

Gr. 14. — Cl. 1.

N° 832.546

Procédé de fabrication de produits de l'oxydation d'hydrocarbures de paraffines à poids moléculaire élevé.

Société dite : HENKEL & Cie G. m. b. H. résidant en Allemagne.

Demandé le 22 janvier 1938, à 13^h 41^m, à Paris.

Délivré le 4 juillet 1938. — Publié le 28 septembre 1938.

(Demande de brevet déposée en Allemagne le 8 février 1937. — Déclaration du déposant.)

Pour l'obtention d'acides gras, l'oxydation d'hydrocarbures de paraffines, en particulier de paraffines dures ou solides et de paraffines molles, a été effectuée généralement
5 jusqu'à présent à des températures supérieures à 100° C. Dans les procédés connus et usuels, les températures de travail sont généralement comprises entre 140 et 160° et au-dessous de 125°.
10 La demanderesse a trouvé que les hydrocarbures de paraffines, qui résultent de la synthèse de l'essence d'après Franz Fischer (voir « Brennstoffchemie » 1928, page 21, ainsi que 1932, page 461 et suivantes), se
15 comportent à l'oxydation d'une manière essentiellement différente de celle par exemple des hydrocarbures de paraffines naturels et qu'au moyen desdits hydrocarbures de paraffines synthétiques, à savoir : la masse pâteuse ou bouillie Fischer dite « Fischer-
20 gatsch », on peut obtenir en rendement remarquable de manière surprenante des acides gras particulièrement précieux, si l'on effectue l'oxydation de ces hydrocarbures de
25 paraffines à des températures qui ne dépassent pas 100° ou ne les dépassent que dans une faible mesure ou qui sont inférieures à cette température. En outre, il est essentiel dans le nouveau procédé que l'on puisse
30 effectuer l'oxydation des hydrocarbures de

paraffines en présence de faibles quantités de permanganates, plus spécialement de permanganates de potassium.

L'oxydation desdits hydrocarbures synthétiques sous les conditions indiquées peut être
35 faite d'après des méthodes connues. On peut effectuer l'oxydation par exemple avec de l'air, de l'oxygène, des gaz contenant de l'oxygène ou des composés vedant de l'oxygène, comme l'ozone, etc.. On peut opérer,
40 par exemple, dans des récipients cylindriques. A l'intérieur du récipient de réaction, il se produit un mélange intensif de la matière de réaction liquide avec les gaz oxydants. Ces derniers entrent dans la chambre
45 de réaction par exemple par des tubes pourvus d'un grand nombre de fines perforations ou par des plaques poreuses. On peut cependant aussi inversement projeter la matière de réaction à l'état de fines divisions
50 dans la chambre à gaz. Le cas échéant, le gaz peut être introduit sous pression, et le récipient de réaction peut être construit dans le genre d'un autoclave. Le mouvement de la matière de réaction est produit déjà, selon
55 les cas, par le passage du gaz. On peut cependant prévoir aussi un dispositif agitateur additionnel.

On peut varier la durée de l'oxydation en faisant passer, dans l'unité de temps, par 60

exemple des quantités plus grandes ou plus faibles des gaz oxydants à travers le mélange d'hydrocarbures, ou bien en employant des additions plus grandes ou plus faibles de permanganate de potassium, ce qui permet d'obtenir une augmentation ou un ralentissement de la rapidité de l'oxydation.

Le traitement du produit d'oxydation obtenu peut être effectué d'après les méthodes usitées dans la pratique, par exemple en saponifiant le produit d'oxydation avec des alcalis et en opérant l'extraction de la solution aqueuse de savon obtenue, par exemple avec des dissolvants organiques insolubles dans l'eau, ou bien en éliminant, après saponification sèche, la partie insaponifiable par distillation par exemple dans le vide.

Comparativement aux méthodes connues pour l'oxydation d'hydrocarbures de paraffines, le nouveau procédé présente d'abord l'avantage important que l'on peut obtenir en rendement remarquable avec la bouillie Fischer des acides gras qui se distinguent par une couleur particulièrement claire. Les acides gras obtenus ont une constitution avantageuse telle qu'on peut les utiliser directement, sans purification préalable, par exemple sans distillation ou décoloration spéciale, pour la fabrication de savons. En outre, le nouveau procédé présente l'avantage que les acides gras, obtenus à des températures à environ 100° ou au-dessous, sont solides à la température d'appartement. Enfin, il est essentiel que les acides gras obtenus d'après le nouveau procédé ne contiennent que de faibles parties en oxacides. Cela procure l'avantage que les acides gras obtenus se laissent distiller dans des conditions particulièrement bonnes et sans décompositions nuisibles. Les acides gras obtenus d'après l'invention ne donnent à la distillation aucune ou seulement une minime fraction de cracking, tandis qu'elle est importante (supérieure à 10 p. 100) avec les acides gras qui sont obtenus par l'oxydation de paraf-

lines au moyen de la synthèse de Franz Fischer à des températures supérieures à 100°.

Les parties insaponifiables séparées du produit de l'oxydation peuvent trouver leur emploi telles quelles ou en mélange avec de la bouillie fraîche pour une nouvelle oxydation.

Exemples :

1° 35 kilogrammes de bouillie Fischer (point d'ébullition 350-430°) additionnés de 0,035 kilogramme de $KMnO_4$ finement pulvérisé, sont soufflés, pendant 39 heures, à 98-102°, avec 8,5 cm³ d'air par heure. Au moyen du produit d'oxydation très clair obtenu, on produit, d'après des méthodes connues, un acide gras qui est d'un jaune clair et est solide. Il contient 0,09 p. 100 d'oxacides insolubles dans l'essence et il peut être distillé sans décomposition;

2° 35 kilogrammes de bouillie Fischer (point d'ébullition 320-440°), additionnés de 0,020 kilogramme de $KMnO_4$, sont soufflés pendant 69 heures, à 88-92°, avec 8,0 cm³ d'air par heure. On obtient un produit d'oxydation très clair (à indice de saponification 179,4), qui ne contient que 0,17 p. 100 d'oxacides et qui se laisse distiller sans décomposition.

RÉSUMÉ.

L'invention a pour objet un procédé de fabrication de produits de l'oxydation d'hydrocarbures de paraffines synthétiques à poids moléculaire élevé de la synthèse d'après Franz Fischer, caractérisé en ce que l'on effectue l'oxydation avec des gaz contenant de l'oxygène, en présence de faibles quantités de permanganates, en particulier de permanganate de potassium, et à des températures au-dessous de 104°.

Société dite : HENKEL & Cie G. m. b. H.

Par procuration :

L. CHASSEVRENT et P. BAOT.