

E I e  
E II d

Verfahren zur Herstellung von Aluminiumseifen aus  
Wachssäuren

Aluminiumseifen, d.h. Al-Salze hochmolekularer Fettsäuren werden im allgemeinen dadurch hergestellt, dass man die entsprechenden Alkalisalze (z.B. Natronseifen) mit löslichen Aluminiumsalzen umsetzt. Bei Carbonsäuren, die mehr als 20 C-Atome im Molekül besitzen (Wachssäuren) ist eine derartige Arbeitsweise nicht mehr anwendbar, da die entsprechenden Alkalisalze nicht mehr in ausreichendem Maße wasserlöslich sind.

Es wurde gefunden, dass man auch aus Wachssäuren Aluminiumseifen gewinnen kann, wenn man sie unter Zusatz geeigneter Lösungsmittel mit wasserfreiem Aluminiumchlorid oder ähnlichen Aluminium-Halogenverbindungen erhitzt. Die Wachssäuren wirken hierbei derart auf das Aluminiumchlorid bzw. Aluminiumhalogenid ein, dass Salzsäure bzw. Halogenwasserstoff entweicht. Die Umsetzung verläuft bei annähernd 80 - 100°C in kurzer Zeit praktisch vollständig.

Als Verdünnungsmittel sind zahlreiche organische Lösungsmittel geeignet, wie z.B. Tetrachlorkohlenstoff, Chloroform, Benzol, Benzin. Besonders vorteilhaft ist die Verwendung von Kohlenwasserstoffen, wobei vornehmlich eine möglichst weitgehend hydrierte Heptanfraktion der katalytischen Kohlenoxydhydrierung in Frage kommt.

Das Verfahren kann mit Wachssäuren beliebiger Herkunft ausgeführt werden. Die besten Ergebnisse hinsichtlich Ausbeute und Eigenschaft der Endprodukte liefern Oxydationsprodukte, die aus synthetischen Paraffinen und Hartparaffinen der katalytischen Kohlenoxydhydrierung erhalten werden und einen Schmelzpunkt von 50 - 100°C aufweisen. Die Oxydation dieser Paraffine kann durch sauerstoffabgebende Verbindungen, wie z.B. mit schwefelsaurem Alkalibichromat oder nitrosen Gasen und Nitrosylschwefelsäure erfolgen. Dem Oxydationsvorgang kann eine Chlorierung und Entchlorierung des Ausgangsmaterials vorgeschaltet werden.

Weitere Einzelheiten sind aus den nachfolgenden Ausführungsbeispielen ersichtlich.

### Ausführungsbeispiel 1:

Ein Hartparaffin der katalytischen Kohlenoxydhydrierung mit einem Erstarrungspunkt von  $86^{\circ}$  wurde in geschmolzenem Zustand solange chloriert, bis 8 % Chlor aufgenommen worden waren. Das chlorierte Produkt wurde sodann bei  $320^{\circ}$  thermisch dechloriert und darauf mit einer Auflösung von Kaliumbichromat in mässig konzentrierter Schwefelsäure solange oxydiert, bis das Oxydationsprodukt nach dem Auswaschen und Trocknen eine Neutralisationszahl von 92 und eine Verseifungszahl von 98 aufwies.

Von dem so erhaltenen Oxydationsprodukt wurden 1000 g mit der dreifachen Menge eines hydrierten Schwerbenzins versetzt und mit 73 g wasserfreiem Aluminiumchlorid, die zur Bildung der Aluminiumseifen aus den Fettsäuren ausreichen, am Rückflusskühler zum Sieden erhitzt. Nach ca. 3 Stunden war die zu Anfang starke Salzsäureentwicklung beendet, und nach dem Abdestillieren des Schwerbenzins wurden die festen Aluminiumsalze der Fettsäuren erhalten, deren Chlorgehalt nur 0,1 % betrug.

### Ausführungsbeispiel 2:

Ein synthetisches Hartparaffin der katalytischen Kohlenoxydhydrierung, das einen Erstarrungspunkt von  $91^{\circ}$  aufwies, wurde in Gegenwart von Nitrosylschwefelsäure bei erhöhter Temperatur mehrere Stunden mit nitrosen Gasen oxydiert. Das Oxydationsprodukt zeigte nach dem Auswaschen und Trocknen eine Neutralisationszahl von 81 und eine Verseifungszahl von 89.

Von diesem Oxydationsprodukt wurden 1 000 g mit der doppelten Menge einer hydrierten Heptanfraktion der katalytischen Kohlenoxydhydrierung verdünnt und unter Zugabe von 64 g von wasserfreiem Aluminiumchlorid am Rückflusskühler 3 Stunden zum Sieden erhitzt. Nach dem Abdestillieren des Heptans hatte die entstandene feste Aluminiumseife einen Chlorgehalt von 0,15 %.

### Ausführungsbeispiel 3:

Ein gemäss Beispiel 2 hergestelltes Oxydationsprodukt mit einer Neutralisationszahl von 81 und einer Verseifungszahl von 89 wurde bei  $120^{\circ}$  mit hochkonzentrierter Kalilauge ver-

seift. Die mit einer Heptanfraktion extrahierte Kaliseife wurde sodann mit verdünnter Schwefelsäure behandelt. Hierbei schieden sich hochmolekulare Wachssäuren ab, die nach dem Auswaschen mit Wasser und Trocknen eine Neutralisationszahl von 152 und eine Verseifungszahl von 158 aufwiesen.

Von den auf diese Weise erhaltenen hochmolekularen Wachssäuren wurden 1 000 g mit der dreifachen Menge hydriertem Schwerbenzin versetzt und nach Zugabe von 120 g wasserfreiem Aluminiumchlorid 3 Stunden zum Sieden erhitzt. Durch Abdestillieren des Lösungsmittels wurden feste Aluminiumseifen erhalten mit einem Chlorgehalt von 0,2 %.

#### Ausführungsbeispiel 4:

Ein Tafelparaffin der katalytischen Kohlenoxydhydrierung mit einem Erstarrungspunkt von 52° wurde in Gegenwart von Nitrosylschwefelsäure mehrere Stunden in geschmolzenem Zustand mit nitrosen Gasen behandelt. Nach dem Auswaschen und Trocknen zeigte das Oxydationsprodukt eine Neutralisationszahl von 95 und eine Verseifungszahl von 106.

Von diesem Material wurden 1 000 g mit 75 g wasserfreiem Aluminiumchlorid unter Zugabe der dreifachen Menge hydriertem Heptan zum Sieden erhitzt. Nach beendigter Salzsäureentwicklung durch Abdestillieren des Heptans die festen Aluminiumseifen erhalten. Der Chlorgehalt dieses Produktes betrug nur 0,13 %.

#### Ausführungsbeispiel 5:

Unraffiniertes Montanwachs mit einem Erstarrungspunkt 75°, einer Neutralisationszahl 22 und einer Verseifungszahl 66 wurde mit einer Auflösung von Natriumbichromat in mässig konzentrierter Schwefelsäure so lange bei höheren Temperaturen oxydiert bis das Oxydationsprodukt nach dem Auswaschen und Trocknen eine Neutralisationszahl von 102 und eine Verseifungszahl 116 zeigte.

Von den erhaltenen hochmolekularen Wachssäuren wurden 1 000 g mit der dreifachen Menge einer hydrierten Heptanfraktion versetzt und mit 80 g wasserfreiem Aluminiumchlorid 3 Stunden zum Sieden erhitzt. Nach Abdestillieren des Lösungsmittels wurden feste Aluminiumseifen erhalten mit einem Chlorgehalt von 0,13 %.

Die erfindungsgemäss hergestellten Produkte sind für die verschiedensten Verwendungszwecke brauchbar. Besonders geeignet sind sie zur Herstellung von Hartparaffin enthaltenden Wasser-in-Öl-Emulsionen, denen sie ein geschmeidiges und ausgeprägt salbenartiges Aussehen verleihen.

#### Patentansprüche

1.) Verfahren zur Herstellung von Aluminiumseifen aus Wachssäuren, d a d u r c h g e k e n n z e i c h n e t , dass man die Wachssäuren unter Zusatz eines organischen Lösungsmittels mit wasserfreien Aluminium-Halogenverbindungen, insbesondere mit wasserfreiem Aluminiumchlorid, erhitzt und das Lösungsmittel nach Beendigung der Halogenwasserstoff-Entwicklung abdampft.

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 man als Lösungsmittel Produkte der katalytischen Kohlenoxydhydrierung, insbesondere eine synthetische Heptanfraktion verwendet.

3.) Verfahren nach Anspruch 1 und 2, d a d u r c h g e k e n n z e i c h n e t , dass als Ausgangsmaterial Wachssäuren-Verwendung finden, die durch eine mit sauerstoffabgebenden Mitteln, insbesondere mit Alkalibichromat oder mit nitrosen Gasen und Nitrosylschwefelsäure arbeitenden Oxydationsvorgang aus Paraffinen, insbesondere aus hochschmelzenden Paraffinen der katalytischen Kohlenoxydhydrierung gewonnen wurden.

FUHRCHEMIE AKTIENGESELLSCHAFT