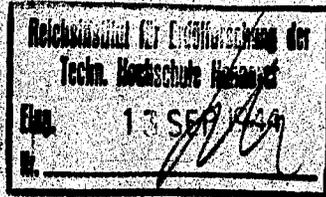


Dem. Dr. Alfred Dornow
Dr. Emil Kaver All

EAG T. 100 +
Patentmeldung
NOV



M. v. Dr. Dornow

Verfahren zur Veredlung von technisch anfallenden Säuren, wie Vorlaufsäuren oder Naphthensäuren.

Es wurde gefunden, daß durch Gewinnung von Anhydriden der technisch anfallenden Säuren, wie z. B. Naphthensäuren aus Erdölen oder sog. Vorlaufsäuren, die bei der Paraffinoxidation anfallen, die darin enthaltenen übelriechenden und störenden Nebenprodukte beseitigt werden können. Die Anhydride können dann als Ausgangsmaterial wertvoller chemischer Produkte z. B. zur Herstellung von Estern dienen. Die Methyl-Äthyl- oder Allylester der beiden oben genannten technisch anfallenden Säuregruppen können z. B. u. a. als wertvolle Riech- oder Geschmacksstoffe allein oder in Gemisch mit bekannten anderen Substanzen gebraucht werden. Auch scharfer geschnittene einzelne Fraktionen sind mit Vorteil in der Riech- oder Geschmacksstoffindustrie zu verwenden.

Durch Umsetzung der Anhydride mit Peroxyden (z. B. Bariumoxyd) entstehen Peranhydride, die thermisch zerfällt, gute Schmiermittel liefert.

Naphthensäuren dienen bekanntlich zur Herstellung von Seifen, die jedoch wegen ihres unangenehmen und anhaftenden Geruches nur beschränkt Verwendung gefunden haben. Durch Darstellung der Alkalisalze über die Anhydride ist es nunmehr möglich wertvolle Seifen zu gewinnen.

Beispiele

Darstellung der Anhydride der Naphthensäuren.
1) 110 Gewichtsteile Naphthensäuren (K_p , 150-160°) wurden mit höchstens 220 Gewichtsteilen Essigsäureanhydrid ca. 7 Stunden unter Rückfluß erhitzt. Die Fraktionen bis 145° wurden aus dem

BAG
3896

Tar
HANNO

Reaktionsgemisch bei gewöhnlichem Druck abdestilliert und der Rückstand im Vakuum destilliert. Die Anhydride des Siedepunktes $Kp_{14} 165-205^{\circ}$ wurden in einer Ausbeute von 80 Gewichtsteilen erhalten. Das abdestillierte überschüssige Essigsäureanhydrid ist direkt und die entstandene Essigsäure nach erneuter Anhydratisierung wiederum zu verwenden.

2) Methyl- und Äthylester der Naphthensäuren.

20 Gewichtsteile Naphthensäureanhydride wurden mit 40 Gewichtsteilen methyl- bzw. Äthylalkoholischer Salzsäure (5% ig) ca. 2 Stunden unter Rückfluß erwärmt. Nach dem Abkühlen wurden die Ester mit Wasser, dann mit ca 5% iger Netronlauge und schließlich wiederum mit Wasser gewaschen. Nach dem Trocknen mit Natriumsulfat wurde im Vakuum destilliert. Methylester: Sdp.₁₄ 92-130^o; Ausbeute: 18,5 Gewichtsteile.
Äthylester: Sdp.₁₄ 100-138^o; Ausbeute: 20 Gewichtsteile.

3) Anhydride der Vorlaufsäuren.

120 Gewichtsteile Vorlaufsäuren Sdp.₁₃ 115-175^o wurden mit höchstens 240 Gewichtsteilen Essigsäureanhydrid, wie bei den Naphthensäuren beschrieben, behandelt. Von der Anhydridfraktion $Kp_{13} 125-205^{\circ}$ wurden 91 Gewichtsteile gewonnen.

4) Methyl-Äthyl- und Allylester der Vorlaufsäuren
Darstellungsweise wie bei den Estern der Naphthensäuren aus deren Anhydriden.

a) Methylester: 20 Gewichtsteile Anhydrid der Vorlaufsäure, 40 Gewichtsteile methylalkoholische Salzsäure (ca 5% ig);
Sdp. der Methylester 70-105^o bei 14 mm;
Ausbeute 18 Gewichtsteile.

b) Äthylester: 20 Gewichtsteile Anhydrid, 40 Gewichtsteile Äthylalkoholische Salzsäure (ca 5% ig);
Sdp. der Äthylester 75-115^o bei 14 mm; Ausbeute
: 19 Gewichtsteile

c) Allylester: 20 Gewichtsteile Anhydrid, 40 Gewichtsteile allylalkoholischer Salzsäure (ca 5% ig)

Sdp. der Allylester 90 - 130° bei 14 mm;
Ausbeute: 19,5 Gewichtsteile

5) Schmiermittel aus Vorlaufsäuren:

20 Gewichtsteile Anhydride aus Vorlaufsäuren wurden in 100 Gewichtsteilen Äther gelöst und mit 20 Gewichtsteilen Bariumperoxyd ($\text{BaO}_2 \cdot 8 \text{H}_2\text{O}$) etwa 3 Stunden lang geschüttelt, vom Ungelösten wurde abfiltriert, der Rückstand mit Äther ausgewaschen, die ätherischen Lösungen mit Calciumchlorid getrocknet, das Lösungsmittel bei niedriger Badtemperatur (bis 40°) abdestilliert und der Ätherrückstand bei ca. 220° zersetzt. Letzterer Vorgang wurde mit besonderer Vorsichtsmaßnahme ausgeführt. Der Zersetzungsrückstand wurde in Äther aufgenommen, zuerst mit 5% iger Natronlauge, dann mit Wasser gewaschen, die Ätherlösung mit Calciumchlorid getrocknet und das Lösungsmittel abdestilliert. Der Rückstand (8 Gewichtsteile) ist als Schmiermittel zu verwenden.

6) Seifen aus Naphthensäuren

Die wie beschrieben gewonnenen Anhydride der Naphthensäure werden in an sich bekannter Weise verseift. Die entstehenden Seifen sind hochwertig, ohne unangenehmen Geruch und können selbst oder im Gemisch mit anderen als wertvolle Seifen verwendet werden.

Patentanspruch

Darstellung der Anhydride als Zwischenprodukt aus technisch anfallenden Säuren, wie Naphthensäuren oder Vorlaufsäuren, zur Gewinnung wertvoller chemisch technischer Produkte.