

087 kein Einspruch 472

11. Jettar
R. 10

Vertreter: Dipl.-Jug. Dr. phil., Dr. techn. Josef Reitstötter,
Patentanwalt, Berlin W. 62, Wittenbergplatz 3.

N. 138 024. IVA / 23e. (1).

Angemeldet am : 31. 7. 1937.
Ausgelegt am : 31.10. 1940.
Einspruch bis : 31. 1. 1941.

Märkische Seifen-Industrie, Witten, Ruhr.

100464

"Verfahren zur Abtrennung der unverseifbaren Anteile aus verseiften Kohlenwasserstoff-Oxydationserzeugnissen."

Patentanspruch.

Verfahren zur Abtrennung der unverseifbaren Anteile aus verseiften Kohlenwasserstoff-Oxydationserzeugnissen durch Druckerhitzung dieser und anschließende Expandierung, dadurch gekennzeichnet, dass die versprühte und vom Hauptteil des Unverseifbaren befreite Seife in fein verteilter Form erstarrt und unter Aufrechterhaltung der dabei gewonnenen grossen Oberflächen unter fortlaufender Weiterbehandlung wie auf einem Transportband oder einer Schnecke einer weiteren Destillation unterworfen wird.

Die Erfindung betrifft ein Verfahren zur Abtrennung der unverseifbaren Anteile aus verseiften Kohlenwasserstoff-Oxydationserzeugnissen durch Druckerhitzung dieser und anschließende Expandierung, bei dem erfindungsgemäss die versprühte Seife unter Aufrechterhaltung der dabei gewonnenen grossen Oberflächen unter fortlaufender Weiterbehandlung wie auf einem Transportband oder einer Schnecke einer weiteren Destillation unterworfen wird.

Bei der Oxydation von Kohlenwasserstoffen mittels Sauerstoffes, Luft oder Sauerstoff abgebender Gase entstehen eine Reihe von Oxydationserzeugnissen, wie Carbonsäure, Alkohole, Aldehyde u.dgl. Es ist nun für die Technik wichtig, die Carbon-säuren von den nicht verseifbaren Oxydationserzeugnissen und dem nicht angegriffenen Ausgangsstoff abzutrennen. Man geht zu diesem Zweck meistens so vor, dass man das Oxydationserzeugnis verseift und das Unverseifte mit Extraktionsmitteln herauslöst. Ganz abgesehen davon, dass eine Benutzung von Extraktionsmitteln, rein technisch gesehen, unermüht ist, gelingt es auch meist nicht, den Gehalt des Unverseifbaren so weit herabzudrücken, wie es für ein praktisches Arbeiten wünschenswert ist. Es sind auch schon eine Reihe von Verfahren bekannt, bei denen ohne Anwendung von Extraktionsmitteln gearbeitet und das Unverseifbare aus dem verseiften Oxydat durch Destillation abgetrennt wird. Das Wesen dieser Abdillationsverfahren besteht darin, dass das verseifte Erzeugnis auf eine höhere Temperatur bei erhöhtem Druck erhitzt wird, worauf man die Masse sich expandieren lässt, wobei das Unverseifte und das vorhandene Wasser ab-dampfen.

Hierbei wird so gearbeitet, dass man die wasserhaltigen Verseifungsprodukte unter solchem Überdruck, dass die Massen während Flüssigbleiben, auf die Schmelztemperatur der wasser-freien Verseifungsprodukte erhitzt und hierauf aus der Schmelze bei

~~10464~~
10465

U. 130 024. IVa/230.(1).

bei gleicher oder erhöhter Temperatur die flüchtigen Bestandteile unter Verwendung des Druckes, gegebenenfalls im Vakuum oder unter Zuführung von Wasserdampf oder inerten Gasen, durch Destillation aus der flüssigen Seifenschmelze entfernt, da die geschmolzene Seifenmasse sowohl zur Wärmeaufnahme als auch zur Entgasung an sich gut befähigt ist.

Der bei der Entspannung entweichende Wasserdampf befördert ebendrin das Abddestillieren der flüchtigen Bestandteile.

Man hat ferner ohne besonders hohen Druck das verseifte Oxydat versprüht. Auch hierbei verdampft das Unverseifbare, während die Seife in mehr oder minder trockener Form zurückbleibt.

Es wurde nun erkannt, dass es zweckmässig ist, diese Arbeitsprinzipie in der Weise auszugestalten, dass zwei Verdampfungsvorgänge hintereinander geschaltet werden, wobei man aber erfindungsgemäss so vorzugehen hat, dass Sorge dafür zu tragen ist, das bei der Versprühung gewonnene Zwischenerzeugnis in diesem Zustand zu erhalten und unter Aufrechterhaltung der dabei entstehenden grossen Oberflächen der Nachdestillation zu unterwerfen. Der beachtliche technische Effekt, der dadurch erreicht wird, nämlich ein Gehalt an Unverseifbarem im Fertigerzeugnis von unter 1 % - in der Technik worden Werte von 0,2 - 0,6 % erreicht - wird dadurch erzielt, dass man die zunächst erhitzte Seifenmasse in bekannter Weise zuerst versprüht, wodurch sich grosse Oberflächen bilden, aus welchen das Unverseifbare abdestillieren kann. Diese grossen Oberflächen werden aber in der von der Hauptmasse des Unverseifbaren befreiten Seife aufrecht erhalten, im Gegensatz zu früheren Arbeitsweisen, bei denen eine Schätzung wieder eintritt, sodass in der zweiten Gruppe die Abdestillation des Unverseifbaren aus hochdispersen Seifen zumehr glatt vorstatten gehen kann.

Die versprühte Seife wird erfindungsgemäss bei der Nachdestillation unter Aufrechterhaltung ihrer grossen Oberfläche weiter befördert, wozu man in der Technik Transportbänder, Schnecken oder ähnliche Einrichtungen verwendet. Diese Arbeitsweise bringt den grossen Vorteil mit sich, dass man die Geschwindigkeit des Bandes oder der Schnecke jeweils so bemessen kann, dass die letzten Anteile des Unverseifbaren genügend Zeit haben, abdestillieren. Würde man auf diese letzte Abdestillation verzichten, so benötigte man, um auf denselben niedrigen Gehalt an Unverseifbarem zu kommen, verhältnismässig grosse Mengen, in die das Erzeugnis hineingesprüht wird.

Praktisch geht das Verfahren so vor sich, dass das verseifte Oxydat auf eine Temperatur von etwa 220 - 260° erhitzt wird, wobei der Druck auf 40 - 60 atü steigt. Man lässt die Masse zumehr in einem beheizten Vakuumbehälter expandieren, wobei der grösste Teil des Unverseifbaren und das Wasser verdampft. Die Seife erstarrt hierbei in fein verteilter Form und fällt, unter Aufrechterhaltung dieser so entstandenen grossen Oberfläche, auf ein in dem Vakuumbehälter sich bewegendes beheiztes Band oder in eine beheizte Schnecke, sodass unter langsamer Weiterförderung die letzten Anteile des Unverseifbaren, gegebenenfalls unter Zugabe von Dampf, abdestillieren können. In dem Vakuumbehälter ist also das Unverseifbare in der Masse nur noch so gering, dass ein Schmelzen und Destillieren dieser geringen Kohlenwasserstoffmengen möglich ist, ohne dass die Seife

M. 138 824. IVa/23e.(1).

Seife als solche aus Schmelzen kommt. Das ist aber eben nur dann möglich, wenn die geringen Mengen des Unverseifbaren nicht aus einer kompakten Masse abdestilliert werden müssen, sondern aus einer Masse mit grossen Oberflächen. Zum Schluss fällt die nun völlig vom Unverseifbaren befreite Seife durch eine Wechsellage ab, aus der sie aus dem Vakuumbehälter in bekannter Weise herausgeschleudert wird.

Dieser grosse und ausserst beachtliche technische Effekt wird mit Hilfe der neuen Arbeitsweise dadurch erreicht, dass erfindungsgemäss die erhitzte Rohmasse auf alle Fälle versprüht wird. So bilden sich grosse Oberflächen, aus welchen die unverseifbaren Anteile abdestillieren können. Diese grossen Oberflächen vorbeiben bei Durchführung der neuen Arbeitsweise in der von der Hauptmasse des Unverseifbaren befreiten Seife, sodass in einer zweiten Stufe die Abdestillation der unverseifbaren Anteile glatt vonstatten gehen kann.

Ausführungsbeispiel:

100 kg eines verseiften Oxydationserzeugnisses werden in einer geeigneten Vorrichtung auf eine Temperatur von 250° erhitzt, wobei der Druck auf etwa 40 atü steigt. Durch ein Entspannungsventil wird nunmehr das wasserhaltige verseifte Oxydat in einem Vakuumbehälter der Expansion überlassen; hierbei verdampfen 95 % des Unverseifbaren. Das Expansionsgefäss ist durch geeignete Heizvorrichtungen auf eine Temperatur von etwa 250° gebracht. Die von dem Hauptteil des Unverseifbaren befreite Seife fällt auf ein Transportband, das mittels einer Strahlungsheizung erhitzt ist. Auf diesem Band (auch Schnecke) verdampfen nun die restlichen Anteile des Unverseifbaren, sodass am Ende des Bandes eine fast reine Seife abfällt. Sie fällt in eine Vorlage, aus der sie von Zeit zu Zeit herausgeschleust wird. Die Seife wird gegebenenfalls ohne weiteres verwandt, oder sie wird in bekannter Weise mit Mineralsäure zersetzt und ist der Destillation fähig. Die Kennzahlen einer so hergestellten Fettsäure sind:

Verseifungszahl	230
Säurezahl	227
Unverseifbares	0,5 %

9.