

7686

Kurzbez.: Abtrennung verzweigt-kettiger Fettsäuren aus isomeren und homologen Gemischen durch partielle Verseifung

Rubrochemie Aktiengesellschaft
Oberhausen-Holten
Pat.-Abt. Ham/Kx

Oberhausen-Holten, den 14. Mai 42

R 614

Verfahren zur Abtrennung verzweigt-kettiger Fettsäuren aus Gemischen isomerer und homologer Fettsäuren.

Die Zerlegung homologer Fettsäuregemische in einzelne Molekülgrößen mit Hilfe einer unvollständigen Verseifung ist bekannt. Sie beruht auf der Tatsache, daß zunächst die niedermolekularen und dann erst die hochmolekularen Säuren zur Umsetzung kommen.

Es ist weiterhin vorgeschlagen worden, Gemische verzweigter und weniger verzweigter Fettsäuren gleicher Molekülgröße durch unvollständige Verseifung aufzutrennen. Die Verseifung der geradkettigen bzw. der weniger verzweigten Anteile erfolgt hierbei mit Vorrang, während die stärker verzweigten Anteile als freie Fettsäuren erhalten bleiben. Mit Hilfe von Benzin oder anderen geeigneten Lösungsmitteln können die nichtverseiften hochverzweigten Fettsäuren abgetrennt werden, worauf man aus dem zurückbleibenden Seifengemisch die weniger verzweigten Fettsäuren durch Zusatz von Mineralsäuren in Freiheit setzt.

Diese Arbeitsweise ist nur für Fettsäuregemische geeignet, deren einzelne Fettsäuren ungefähr gleiche Molekülgröße haben. Liegen Fettsäuregemische vor, die Säuren verschiedener Molekülgrößen enthalten, so mussten bisher durch entsprechende Maßnahmen zunächst Fraktionen isoliert werden, die im wesentlichen nur Fettsäuren einer Molekülgröße enthalten.

Es wurde nun gefunden, daß auch aus isomeren Fettsäuregemischen verschiedener Molekülgröße die Abtrennung der hochverzweigten Fettsäuren durch unvollständige Verseifung gelingt, wenn darauf geachtet wird, daß die Verseifung jeweils so weitgehend erfolgt, daß noch keine Zerlegung nach Molekülgrößen eintritt. Beispielsweise arbeitet man hierbei derart, daß anfangs eine 95 %ige Verseifung zur Anwendung kommt. Hierbei kann man den nicht verseiften Rest mit Hilfe von Benzin extrahieren, wobei sich die erste tiefstockende Fraktion ergibt. Das verblei-

bende Seifengemisch wird mit Mineralsäuren in ein Gemisch freier Fettsäuren übergeführt, die man von neuem soweit unvollständig verseift, dass noch keine Auftrennung nach Molekülgrößen erfolgt. Hierbei gewinnt man die zweite tiefstockende Fraktion. Diese Behandlungsweise wird solange fortgesetzt, als die Erstarrungspunkte der extrahierten Anteile noch tief genug liegen.

Aus dem nachfolgenden Ausführungsbeispiel und der beigefügten Tabelle sind weitere Einzelheiten ersichtlich:

Ausführungsbeispiel:

Von einem synthetisch erhaltenen Fettsäuregemisch, das bei einer mittleren C-Zahl von $C_{12,50}$ bis C_{11} Säuren enthielt und bei einer Verseifungszahl von 270 einen Stockpunkt von $+12,5^{\circ}C$ aufwies, wurden 200 g mit 38 g Ätznatron verseift, die vorher in 1 Ltr. destilliertem Wasser gelöst waren. Die zur Anwendung kommende Ätznatronmenge entsprach einer 95 %igen Verseifung. Der erhaltenen Seifenlösung wurden nach der Abkühlung 200 ccm Äthylalkohol (96 %ig) zugefügt. Danach schüttelte man die wasserklare Seifenlösung dreimal mit je 200 ccm olefinfreiem Leichtbenzin aus, das eine Siedelage von $60-95^{\circ}C$ aufwies. Die vereinigten Benzinauszüge wurden nochmals mit 200 ccm Äthylalkohol (50 %ig) gewaschen und die hierbei anfallende wässrig alkoholische Lösung mit der Seifenlösung vereinigt. Durch Ansäuerung mit Schwefelsäure wurden aus der Seifenlösung 193 g Fettsäure gewonnen, während aus den vereinigten Benzinauszügen 3 g Fettsäure abgetrennt werden konnten. Die erhaltenen Fettsäuren wiesen folgende Kennzahlen auf:

	aus Seifenlösung	aus Benzinextrakt
Fettsäuremenge	193 g	3 g
Stockpunkt	$+13^{\circ}C$	unter $-25^{\circ}C$
Verseifungszahl	271	246
mittlere C-Zahl	$C_{12,45}$	$C_{13,95}$

Die aus der Seifenlösung gewinnbaren Fettsäuren wurden in gleicher Weise noch mehrmals partiell verseift und gespalten, wobei sich die in der nachfolgenden Zusammenstellung aufgeführten Fettsäurefraktionen ergaben.

Zerlegung von Gemischen homologer und isomerer Fettsäuren.

a) Kennzahlen der verseiften Anteile:

Zerlegung	Verseif. Grad %	%	Verseif. Zahl	mittl. C.-Zahl	Stock- Punkt °C
Ausgangs- gemisch	-	100	270	12,5	+12,5
1. Zerlegung	95	96,5	271	12,45	13
2. " "	95	94,3	272	12,40	14
3. " "	90	87,2	272	12,4	15
4. " "	85	85,0	273	12,35	16
5. " "	85	83,9	274	12,3	16,5
6. " "	75	75,6	275	12,25	18
7. " "	75	79,6	276	12,20	18

b) Kennzahlen der extrahierten Anteile:

Zerlegung	Verseif. Grad %	%	Verseif. Zahl	mittl. C.-Zahl	Stock- Punkt °C
1. Zerlegung	95	1,5	246	13,95	unter -25
2. " "	95	5,5	251	13,65	-24
3. " "	90	9,1	258	13,2	0
4. " "	85	12,7	258	13,2	+5
5. " "	85	13,9	269	12,55	8
6. " "	75	18,2	263	12,9	13
7. " "	75	16,5	270	12,5	14

Diese Zahlen zeigen, daß in dem zur Verarbeitung kommenden Fettsäuregemisch etwa 10 % aussergewöhnlich tiefstockende, hochverzweigte Anteile enthalten waren, die sich erfindungsgemäss durch eine dreimalige Partialverseifung abtrennen liessen. Ihre Abtrennung verursachte eine erhebliche Geruchsverbesserung des Ausgangsmaterials. Ausserdem liessen sich die abgetrennten tiefstockenden Säuren für bestimmte Spezialzwecke, z.B. zur Herstellung von Weichmachungsmitteln, verwenden.

Patentanspruch

Verfahren zur Abtrennung verzweigt-kettiger Fettsäuren aus Gemischen isomerer und homologer Fettsäuren durch unvollständige Verseifung und Extraktion der unverseiften Anteile, d a d u r c h g e k e n n z e i c h n e t , dass das Ausmass der unvollständigen Verseifung so gewählt wird, dass noch keine nennenswerte Zerlegung nach Molekülgrössen eintritt, wobei die Behandlung gegebenenfalls mehrmals wiederholt wird.

RUHRCHEMIE AKTIENGESELLSCHAFT