

Kurzbez.: Aufarbeitung von Fettsäure-Gemischen durch Extraktion
bei bestimmten pH-Werten

8124

RUHRCHEMIE AKTIENGESELLSCHAFT Oberhausen-Holtien, den 18.12.1942

Pat.-Abt. Ham/Am
R 648

Verfahren zur Zerlegung von aus Fettsäuren bzw. fettsauren Salzen und Neutralölen bestehenden Gemischen

Bei der Herstellung, Oxydation, Oxidierung oder sonstigen Nachbehandlung von Kohlenwasserstoffen entstehen Gemische, die neben Fettsäuren und anderen sauerstoffhaltigen Verbindungen noch Kohlenwasserstoffe (Neutralöle) enthalten. Diese Gemische können auch fettsaure Salze, z.B. die entsprechenden Alkalisalze enthalten, wenn man saure Primärprodukte der katalytischen Kohlenoxydhydrierung mit Alkalilauge reinigt.

Zur Herstellung reiner Fettsäuren bzw. reiner fettsaurer Salze (Seifen) müssen die vorhandenen Neutralöle abgetrennt werden. Hierzu hat man die Gemische bereits mit Wasser oder mit Wasser-Alkohol-Lösungen behandelt, in denen die Fettsäuren bzw. fettsauren Salze (Seifen) löslich sind, während die Kohlenwasserstoffe, beispielsweise unter den Bedingungen des Patentes (Anmeldung R 110 735 IVa/23 c) ungelöst zurückbleiben. Hierbei zeigte es sich jedoch, dass ausserordentlich leicht Emulsionen zwischen den Lösungen der Fettsäure bzw. der fettsauren Salze (Seifen) und den vorhandenen Neutralölen entstehen, wenn die Konzentration der Seifenlösung 10 % überschreitet.

Es wurde gefunden, dass sich die Neutralöle von den Fettsäure- und Fettsäuresalzen auch bei Konzentrationen bis zu 35 % bezogen auf rohe Fettsäure leicht durch Bildung übereinanderliegender Schichten abtrennen lassen, wenn das mit Wasser bzw. Wasseralkoholmischungen zu behandelnde Reaktionsgemisch auf eine Wasserstoffionenkonzentration von $\text{pH} = 7$ eingestellt wird. Unter diesen Umständen tritt nach kurzem Stehen insbesondere bei höherer Temperatur eine glatte Trennung zwischen Neutralöl und Fettsäuren bzw. fettsauren Salzen ein. Die Neutralöle liegen auf der alkoholisch wässrigen Lösung, welche mit Hilfe eines Bodenhebers leicht abgezogen werden kann.

Zur Erreichung eines pH-Wertes von 7 kommen je nach den

herrschenden Reaktionsbedingungen alkalisch oder sauer reagierende Zusätze in Frage. Vornehmlich finden mineralische Säuren, wie z.B. Schwefelsäure oder Salzsäure Anwendung. Man kann aber auch mit gasförmiger Kohlensäure arbeiten, die in die Reaktionsmischung eingeleitet wird. Die Kohlensäure-Zufuhr muss hierbei solange fortgesetzt werden, bis Reagenspapier einen pH-Wert von 6,8 anzeigt.

Anstelle anorganischer Säuren kann man auch organische Säuren, insbesondere auf die vorstehend beschriebene Weise erhaltene Fettsäuren zur Einstellung des erfindungsgemäss erforderlichen pH-Wertes verwenden. Ihre Verwendung hat den Vorteil, dass das Reaktionsgemisch mit fremden Säuren nicht in Berührung kommt. Weitere Einzelheiten sind aus den nachfolgenden Ausführungsbeispielen ersichtlich:

Ausführungsbeispiel 1:

Von einer bei der alkalischen Nachbehandlung von Kohlenoxydhydrierungsprodukten erhaltenen Laugenemulsion wurden 75 kg mit 75 Ltr. 10 %igem wässrigen Äthylalkohol 30 Minuten lang bei Zimmertemperatur in einem Intensivmischer behandelt. Während der Durchmischung wurde solange 25 %ige Schwefelsäure zugegeben, bis ein pH-Wert von 7,0 erreicht war. Hierzu wurden insgesamt etwa 4 Ltr. verdünnte Schwefelsäure verbraucht.

Die erhaltene Mischung führte man in ein zylindrisches Heizgefäss über, um sie dort auf 60°C zu erwärmen und der Ruhe zu überlassen. Nach dreistündigem Stehen war eine glatte Trennung erreicht, sodass die wässrige alkoholische Seifenlösung durch einen Bodenheber abgezogen werden konnte. Es ergaben sich 130 Ltr. einer rohen Seifenlösung, welche 24 Vol.% Rohfettsäuren enthielt, deren Verseifungszahl sich auf 150 belief, während die verseiften an Natron gebundenen Anteile 46 % umfassten.

Oberhalb der Seifenlösung liessen sich 24 Ltr. Neutralöl abscheiden, das folgende Kennzahlen aufwies:

Dichte D_{20} = 0,756
Siedelage = 140 - 312°C
Säurezahl = 0
Verseifungszahl = 5,5
Hydroxylzahl = 10,5
Carboxylzahl = 4
Jodzahl = 29

Ausführungsbeispiel 2:

In gleicher Weise wie aus Beispiel 1 ersichtlich, wurden 80 kg einer bei der alkalischen Behandlung von Kohlenoxydhydrierungsprodukten erhaltenen Emulsion mit 80 Ltr. 10 %igem wässerigen Äthylalkohol vermischt. Diese Mischung wurde unter intensiver Durchrührung 2 Stunden lang mit einem Kohlensäurestrom behandelt. Hierbei fiel der pH-Wert auf 6,8.

Die alkoholische Emulsion wurde sodann durch Absetzenlassen in eine wässrige Seifenlösung und eine darüberliegende Ölschicht getrennt. Man erhielt 130 Ltr. einer rohen Seifenlösung, die 25 Vol.% rohe Fettsäure mit einer Verseifungszahl von 152 aufwies. Die gleichzeitig entstandenen 30 Ltr. Neutralöl zeigten dieselben analytischen Daten wie sie im ersten Ausführungsbeispiel erhalten wurden.

Ausführungsbeispiel 3:

Von der gleichen alkalischen Emulsion, wie sie in den vorhergegangenen Ausführungsbeispielen verwendet wurde, behandelte man 50 kg bei 65°C unter einem Druck von 15 atü in einem Autoklaven mit Kohlensäure. Der aufgesetzte Kohlensäuredruck nahm sehr rasch ab, worauf die Kohlensäurezufuhr so oft wiederholt wurde, bis keine Druckabnahme mehr stattfand. Hierbei ergab sich als Endprodukt schliesslich eine dünnflüssige Lösung, aus der sich ein Teil des in der verarbeiteten Emulsion als Verunreinigung vorhandenen Eisens als Eisenschlamm durch Filtration entfernen liess. Die erhaltene Lösung besass einen pH-Wert von 6,8 und wurde in der aus den Beispielen 1 und 2 ersichtlichen Weise in Seifenlösung und Neutralöl getrennt. Die gewonnenen Endprodukte wiesen die gleichen Eigenschaften auf, wobei der Unterschied im wesentlichen nur darin bestand, dass

im vorliegenden Fall die in Freiheit gesetzte Fettsäure eine wesentlich hellere Farbe aufwies.

Patentansprüche

1.) Verfahren zur Zerlegung von aus Fettsäuren bzw. fett-sauren Salzen und Neutralölen bestehenden Gemischen durch Herauslösung der Fettsäuren bzw. fett-sauren Salze mit Wasser oder Wasser-Alkohol-Gemischen, d a d u r c h g e k e n n z e i c h n e t , dass vor, während oder nach der Wasserbehandlung dem Reaktionsgemisch alkalisch bzw. sauer reagierende Stoffe solange zugesetzt werden, bis eine Wasserstoffionenkonzentration von $\text{pH} = 7$ erreicht ist, worauf die unter diesen Umständen unlöslichen Neutralöle abgetrennt werden.

2.) Ausführung des Verfahrens 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 die unlöslich ausgeschiedenen Neutralöle bei normaler oder leicht erhöhter Temperatur abgetrennt werden.

3.) Ausführung des Verfahrens 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 sauer reagierende Stoffe mineralische Säuren oder gasförmige Kohlensäure bei gewöhnlichem oder erhöhtem Druck zur Anwendung kommen.

4.) Ausführung des Verfahrens 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 sauer reagierender Stoff Fettsäure Verwendung findet.