

DEUTSCHES REICH



AUSGEGEBEN AM
7. OKTOBER 1931

REICHSPATENTAMT
PATENTSCHRIFT

№ 535 068

KLASSE 12^o GRUPPE II

I 38915 IVa/12^o²

Tag der Bekanntmachung über die Erteilung des Patents: 17. September 1931

I. G. Farbenindustrie Akt.-Ges. in Frankfurt a. M.*)

Verfahren zur Aufarbeitung von Oxydationsprodukten fester aliphatischer Kohlenwasserstoffe

Patentiert im Deutschen Reiche vom 4. August 1929 ab

Es wurde gefunden, daß man aus dem rohen Oxydationsprodukt von festen aliphatischen Kohlenwasserstoffen, z. B. Paraffin, oder daraus in bekannter Weise abgetrennten, z. B. aus Säuren bestehenden Gemischen einzelne Bestandteile schnell und praktisch vollständig abtrennen kann, wenn man das Oxydationsprodukt bei Temperaturen, bei denen die nichtoxydierten Kohlenwasserstoffe fest bleiben, bzw. das abgetrennte Gemisch bei Temperaturen unterhalb seines Schmelzpunktes in Siebzentrifugen schleudert. So kann man z. B. ein rohes oder destilliertes Oxydationsprodukt bei einer unterhalb des Schmelzpunktes des nichtoxydierten Produktes liegenden Temperatur in einer Siebzentrifuge schleudern und dadurch eine Trennung der oxydierten Anteile von dem nichtoxydierten Material erzielen. Man kann auch Säuregemische, die in bekannter Weise, z. B. durch Verseifen oder Extrahieren, aus dem rohen oder destillierten Oxydationsprodukt gewonnen worden sind, in einzelne Bestandteile zerlegen, indem man nacheinander bei verschiedenen, unterhalb des Schmelzpunktes des Gemisches liegenden Temperaturen schleudert. Andererseits kann man auch die unverseifbaren Bestandteile, wie sie z. B. aus gewöhnlichem oder destilliertem Rohprodukt nach dem Verseifen oder bzw. durch Extrahieren erhalten werden, fraktionierend schleudern.

wobei eine Trennung in unverseifbare neutrale Oxydationsprodukte, wie Alkohole, Ketone usw., und unangegriffenes Ausgangsmaterial erzielt wird. Das so erhaltene unangegriffene Ausgangsmaterial kann mit Vorteil für eine folgende Oxydation wieder verwendet werden.

Die Trennung der Gemische durch Schleudern in Siebzentrifugen gestattet gegenüber der Trennung durch Ausschwitzen der oxydierten Anteile einen erheblich größeren Durchsatz und einen wesentlich schärferen Trennungseffekt. Insbesondere kommen die Vorteile des vorliegenden Verfahrens zur Geltung z. B. bei der Trennung bestimmter, aus dem rohen Oxydationsprodukt abgetrennter Gemische, z. B. bei der Trennung der neutralen sauerstoffhaltigen Produkte vom unangegriffenen Ausgangsmaterial oder der Trennung der sauren Bestandteile untereinander.

Vorteilhaft arbeitet man mit schnelllaufenden Siebzentrifugen, die mit passendem Filtermaterial, wie Woll- oder Flanellfiltern, oder mit feinmaschigen Aluminiumsieben ausgekleidet sind und die sich auch für kontinuierlichen Betrieb eignen, wodurch eine besonders hohe Wirtschaftlichkeit des Verfahrens gewährleistet wird. In manchen Fällen ist die Anwendung von Verdünnungsmitteln von besonderem Vorteil und ermöglicht eine äußerst

*) Von dem Patentsucher ist als der Erfinder angegeben worden:

Dr. Martin Luther in Mannheim.

5 schnelle und praktisch vollständige Trennung. Ein Auswaschen der einzelnen Fraktionen mit geeigneten Lösungs- oder Waschmitteln kann erforderlichenfalls während des Betriebes in der laufenden Zentrifuge erfolgen.

Beispiel 1

o Rohes, oxydiertes Hartparaffin mit der Verseifungszahl 220 wird in einer Siebzentrifuge mit 900 Umdrehungen in der Minute und einem Trommeldurchmesser von 70 cm bei gewöhnlicher Temperatur geschleudert. In wenigen Minuten ist die Trennung in einen flüssigen und einen festen Anteil erfolgt. Der flüssige Teil ist ein helles sirupöses Öl; seine Menge beträgt etwa 70 % des eingefüllten Materials. Der feste Anteil (etwa 30 %) besteht in der Hauptsache aus unangegriffenem Paraffin und kann ohne weiteres einer erneuten Oxydation unterworfen werden.

Beispiel 2

5 100 Teile eines rohen, oxydierten Hartparaffins mit der Verseifungszahl 200 werden bei 25° in einer Siebzentrifuge geschleudert. Nach der in wenigen Minuten erfolgten Scheidung wird der in der Siebtrommel befindliche feste Anteil mit Methanol abgespritzt. Es bleiben etwa 25 Teile Paraffin mit einem Paraffingehalt von 98 bis 100 % zurück.

Beispiel 3

5 Ein rohes Oxydationsprodukt aus Hartparaffin wird in bekannter Weise verseift, worauf die beim Stehen der Seifenlösung sich abscheidenden unverseifbaren Anteile abgetrennt werden. Diese werden gemäß Beispiel 1 in feste und flüssige Bestandteile getrennt. Der flüssige etwa 40 bis 50 % des Unverseifbaren betragende Anteil besteht in der Hauptsache aus hochmolekularen Alkoholen, während der feste Anteil ein gut oxydierbares Paraffin ist.

Beispiel 4

o Ein destilliertes Oxydationsprodukt aus Hartparaffin wird verseift, und die beim Stehen der Seifenlösung sich abscheidenden unverseifbaren Anteile werden abgetrennt. Diese Anteile werden bei 15° in einer Siebzentrifuge, die in der Minute 3 000 Um-

drehungen macht und deren Trommeldurchmesser 25 cm beträgt, geschleudert. In wenigen Minuten sind die sauerstoffhaltigen und die die Oxydation hemmenden Verunreinigungen entfernt. Die letzten Spuren von Verunreinigungen werden durch Abspritzen mit einem Methanol-Benzin-Gemisch (1:1) entfernt. In der Zentrifuge bleibt ein gut oxydierbares Paraffin zurück.

Beispiel 5

Ein Säuregemisch, das in bekannter Weise aus einem destillierten Oxydationsprodukt erhalten wurde, wird bei 15° in einer Siebzentrifuge geschleudert. In wenigen Minuten ist die Trennung in flüssige Säuren vom Charakter der Oleine und in eine feste helle Fettsäure, die bei 41° erstarrt, erzielt. Nun wird unter gelindem Erwärmen auf etwa 30 bis 32° und gleichzeitigem Schleudern die Fettsäure fraktioniert. Die hierbei abgeschleuderten Säuren besitzen einen Erstarrungspunkt von 39°. In der Zentrifuge verbleibt eine weiße Fettsäure mit dem Erstarrungspunkt von 46°.

Beispiel 6

80 1 000 Gewichtsteile der aus einem nichtdestillierten Oxydationsprodukt aus Weichparaffin abgetrennten, unverseifbaren Bestandteile werden mit 500 Gewichtsteilen Methanol angemaischt und bei 25° in einer Siebzentrifuge geschleudert. In wenigen 85 Minuten sind die sauerstoffhaltigen und die die weitere Oxydation hemmenden Bestandteile abgeschieden. Es verbleibt in der Zentrifuge ein gut oxydierbares Paraffin mit einem Reinheitsgrad von 98 bis 100 %. Die Ausbeute beträgt etwa 70 %.

PATENTANSPRUCH:

95 Verfahren zur Aufarbeitung von Oxydationsprodukten fester aliphatischer Kohlenwasserstoffe, dadurch gekennzeichnet, daß man das Oxydationsprodukt oder daraus abgetrennte Gemische durch Schleudern in Siebzentrifugen bei Temperaturen, bei denen die nichtoxydierten Kohlenwasserstoffe fest bleiben, bzw. bei Temperaturen unterhalb des Schmelzpunktes der abgetrennten Gemische in einzelne Bestandteile zerlegt.