



2131

REICHSPATENTAMT
PATENTSCHRIFT

Nr 704 428

KLASSE 23e GRUPPE I

M 138824 II a/23e

Der Erfinder hat beantragt, nicht genannt zu werden.

Märkische Seifen-Industrie in Witten
Verfahren zur Abtrennung der unverseifbaren Anteile aus verseiften
Kohlenwasserstoff-Oxydationserzeugnissen

Patentiert im Deutschen Reich vom 1. August 1937 an

Patenterteilung bekanntgemacht am 27. Februar 1941

Die Erfindung betrifft ein Verfahren zur
Abtrennung der unverseifbaren Anteile aus
verseiften Kohlenwasserstoff-Oxydationserzeug-
nissen durch Druckerhitzung dieser und an-
schließende Expandierung, bei dem erfindungs-
gemäß die versprühte Seife unter Aufrecht-
erhaltung der dabei gewonnenen großen Ober-
flächen unter fortlaufender Weiterbehandlung
wie auf einem Transportband oder einer
Schnecke einer weiteren Destillation unter-
worfen wird.

Bei der Oxydation von Kohlenwasserstoffen
mittels Sauerstoffes, Luft oder Sauerstoff ab-
gebender Gase entsteht eine Reihe von Oxy-
dationserzeugnissen, wie Carbonsäuren, Alko-
hole, Aldehyde u. dgl. Es ist nun für die
Technik wichtig, die Carbonsäuren von den
nicht verseifbaren Oxydationserzeugnissen und
dem nicht angegriffenen Ausgangsstoff abzu-
trennen. Man geht zu diesem Zweck meistens
so vor, daß man das Oxydationserzeugnis ver-
seift und das Unverseifte mit Extraktionsmit-
teln herauslöst. Ganz abgesehen davon, daß
eine Benutzung von Extraktionsmitteln, rein
technisch gesehen, unerwünscht ist, gelingt
es auch meist nicht, den Gehalt des Unver-
seifbaren so weit herabzudrücken, wie es für
ein praktisches Arbeiten wünschenswert ist.

Es ist auch schon eine Reihe von Verfahren
bekannt, bei denen ohne Anwendung von Ex-
traktionsmitteln gearbeitet und das Unverseif-
bare aus dem verseiften Oxydat durch Destil-
lation abgetrennt wird. Das Wesen dieser Ab-
destillationsverfahren besteht darin, daß das
verseifte Erzeugnis auf eine höhere Tempera-
tur bei erhöhtem Druck erhitzt wird, wor-
auf man die Masse sich expandieren läßt, wo-
bei das Unverseifte und das vorhandene Wasser
abdampfen.

Hierbei wird so gearbeitet, daß man die
wasserhaltigen Verseifungsprodukte unter sol-
chem Überdruck, daß die Massen dauernd
flüssig bleiben, auf die Schmelztemperatur der
wasserfreien Verseifungsprodukte erhitzt und
hierauf aus der Schmelze bei gleicher oder
erhöhter Temperatur die flüchtigen Bestand-
teile unter Verwendung des Druckes, gegebe-
nenfalls im Vakuum oder unter Zuführung
von Wasserdampf oder inerten Gasen, durch
Destillation aus der flüssigen Seifenschmelze
entfernt, da die geschmolzene Seifenmasse so-
wohl zur Wärmeaufnahme als auch zur Ent-
gasung an sich gut befähigt ist.

Der bei der Entspannung entweichende
Wasserdampf befördert obendrein das ab-
destillieren 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 hintereinandergeschaltet 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 werden Werte von 0,2 bis 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 aufrechterhalten, im Gegensatz zu früheren Arbeitsweisen, bei denen eine Schmelzung wieder eintritt, so daß in der zweiten Gruppe die Abdestillation des Unverseifbaren aus hochdispersen Seifen nunmehr glatt vonstattengehen kann.

Die versprühte Seife wird erfindungsgemäß bei der Nachdestillation unter Aufrechterhaltung ihrer großen Oberfläche weiterbefördert, 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, abzudestillieren. Würde man auf diese letzte Abdestillation verzichten, so benötigte man, um auf denselben niedrigen Gehalt an Unverseifbarem zu kommen, verhältnismäßig große Räume, in die das Erzeugnis hineingesprüht wird.

Praktisch geht das Verfahren so vor sich, daß das verseifte Oxydat auf eine Temperatur von etwa 220 bis 260° erhitzt wird, wobei der Druck auf 40 bis 60 atü steigt. Man läßt die Masse nunmehr in einem beheizten Vakuumbehälter expandieren, wobei der größte Teil des Unverseifbaren und das Wasser verdampfen. 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, so daß unter langsamer Weiterbeförderung die letzten Anteile des Un-

verseifbaren, 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 als solche zum 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 Wechselvorlage ab, aus der sie aus dem Vakuumbehälter in bekannter Weise herausgeschleudert wird.

Dieser große und äußerst 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 verbleiben bei Durchführung der neuen Arbeitsweise in der von der Hauptmasse des Unverseifbaren befreiten Seife, so daß in einer zweiten Stufe die Abdestillation der unverseifbaren Anteile glatt vonstattengehen 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, so daß 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%.

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 Aufrecht-

erhaltung der dabei gewonnenen großen Oberflächen unter fortlaufender Weiterbehandlung wie auf einem Transportband oder einer Schnecke einer weiteren Destillation unterworfen wird.

10