

DEUTSCHES REICH



AUSGEBEN AM
19. MÄRZ 1943

REICHSPATENTAMT
PATENTSCHRIFT

2122

Nr 732719

KLASSE 12o GRUPPE 11

M 146974 IVd/12o

Die Erfindernennung unterbleibt auf Antrag.

Märkische Seifen-Industrie in Witten
Verfahren zur Herstellung von Fettsäuren

Patentiert im Deutschen Reich vom 10. Mai 1938 an
Patenterteilung bekanntgemacht am 11. Februar 1943

Die Erfindung betrifft ein Verfahren zur Herstellung von Fettsäuren durch Oxydation von Fraktionen mit den Siedegrenzen von 250 bis 420° von Kohlenwasserstoffen aus der Kohlenoxydhydrierung. Die neue Arbeitsweise besteht darin, daß man aus solchen Fraktionen gewonnene Einzelfraktionen mit steigenden Siedepunkten und einem Siedeintervall von 40 bis 60° in an sich bekannter Weise entsprechend den steigenden Siedepunkten bei gesteigerter Temperatur, und zwar von etwa 100 bis etwa 120°, oxydiert.

Es sind Verfahren bekannt zur Herstellung von Gemischen aliphatischer Carbonsäuren durch Oxydation von Kohlenwasserstoffgemischen, die durch die bekannte Hydrierung von Oxyden des Kohlenstoffs und anschließende Fraktionierung der Hydrierungsgemische gewonnen worden sind. Diese Gemische bestehen im wesentlichen aus bei gewöhnlicher Temperatur festen Kohlenwasserstoffen, die zwischen 250° und, auf gewöhnlichen Druck umgerechnet, 450° sieden. Dabei wird die Oxydation bei Temperaturen von etwa 115° durchgeführt.

Bei einer solchen Oxydation entsteht eine Vielheit von Fettsäuren. Bekannt ist, daß ein solches Gemisch sich technisch nur schwierig und mit schlechten Ausbeuten fraktionieren läßt.

Die neue Erfindung gibt einen Weg an, wie man bei guter Ausbeute die Schwierigkeiten in der Fraktionierung des bei der Oxydation eines Kohlenwasserstoffgemisches mit weiten Siedegrenzen anfallenden Fettsäuregemisches vermeidet, also ein vorliegendes Gemisch von Kohlenwasserstoffen in Fettsäuren unwandelt, die bereits in nieder-, mittel- und hochmolekulare weitgehend getrennt sind. Man erreicht noch mehr: Es wird nämlich dadurch, daß man die einzelnen Fraktionen jeweils unter optimalen Bedingungen nannmehr zu oxydieren in der Lage ist, die Gesamtausbeute an technisch wertvollen Säuren erhöht. Zwar ist bekannt, daß man höhermolekulare Kohlenwasserstoffe bei höheren Temperaturen oxydieren muß als niedermolekulare, da sonst eine wirtschaftlich tragbare Oxydationszeit nicht gewährleistet ist. Ferner ist bekannt, daß zu hohe Temperaturen Spaltungen und



Zersetzungserscheinungen hervorrufen. Man oxydiert deshalb erfindungsgemäß nicht über 120°. Bei einer solchen Temperatur würden aber, falls man die Kohlenwasserstoffe nicht fraktioniert, die niedermolekularen Anteile schon zu stark gespalten werden. Es ist dabei notwendig, daß man das zu oxydierende Gemisch von Kohlenwasserstoffen in mehrere Fraktionen verhältnismäßig engen Siedebereichs, nämlich von 40 bis 60°, aufteilt und die Oxydationstemperaturen entsprechend den steigenden Siedepunkten dieser kleinen Fraktionen von etwa 100 bis etwa 120° steigert. Erwähnt sei, daß man naturgemäß auch bereits früher Fraktionen aus technisch vorhandenen Gemischen von Kohlenwasserstoffen der Oxydation zugeführt hat. Hierbei handelt es sich aber einmal um Fraktionen verhältnismäßig weiten Siedebereichs, wie beispielsweise die bei der Petroleumrektifizierung anfallenden Bestandteile, wie Schwebbenzin, Schmieröl, Paraffin, Pechbestandteile u. dgl., und zum anderen hatte man nicht erkannt, daß sich ein vorhandenes Gemisch von Kohlenwasserstoffen auf unmittelbar technisch verwendbare Fettsäuren direkt mit erhöhten Ausbeuten oxydieren läßt, wenn man es in kleine Fraktionen aufteilt und dabei die Oxydationstemperatur entsprechend den Siedepunkten steigen läßt.

Beispiel

Ein Kohlenoxydhydrierungsprodukt mit den Siedegrenzen 250 bis 420° wird einer fraktionierten Destillation im Vakuum unterworfen, und es werden drei Fraktionen gebildet. Die Siedegrenzen dieser Fraktionen sind:

Fraktion I 250 bis 310°
 Fraktion II 310 - 370°
 Fraktion III 370 - 420°

(Die Siedepunkte sind auf Normaldruck bezogen.)

Die Fraktionen werden in bekannter Weise unter Zusatz von 0,2% KMnO_4 mit Luft oxydiert, und zwar:

Fraktion I bei 100°
 Fraktion II - 110°
 Fraktion III 120°

Nach Aufarbeitung der Oxydationserzeugnisse ergeben sich Säuren mit folgenden Ver-seifungszahlen:

Fraktion I 320,
 Fraktion II 276,
 Fraktion III 225.

Aus diesen drei Fraktionen ergibt sich ein Gehalt an Fettsäuren von unter 10 Kohlenstoffatomen von 11,8%. Würde man jedoch das Kohlenwasserstoffgemisch nicht durch fraktionierte Destillation unterteilen, sondern für sich bei einer mittleren Temperatur von 115° unter sonst gleichen Bedingungen oxydieren, so erhielte man ein Gehalt an Fettsäuren von unter 10 Kohlenstoffatomen von 18,5%.

Diese Gegenüberstellung zeigt, daß die Gesamtausbeute an technisch wertvollen Fettsäuren durch die neue Arbeitsweise beträchtlich gesteigert wird.

PATENTANSPRUCH:

Verfahren zur Herstellung von Fettsäuren durch Oxydation von Fraktionen mit den Siedegrenzen von 250 bis 420° von Kohlenwasserstoffen aus der Kohlenoxydhydrierung, dadurch gekennzeichnet, daß man aus solchen Fraktionen gewonnene Einzelfraktionen mit steigenden Siedepunkten und einem Siedintervall von 40 bis 60° in an sich bekannter Weise entsprechend den steigenden Siedepunkten bei gesteigerter Temperatur, und zwar von etwa 100 bis etwa 120°, oxydiert.