

RÉPUBLIQUE FRANÇAISE.

MINISTÈRE DU COMMERCE ET DE L'INDUSTRIE.

DIRECTION DE LA PROPRIÉTÉ INDUSTRIELLE.

BREVET D'INVENTION.

Gr. 14. — Cl. 4.

N° 833.064



996

Procédé de fabrication de produits de l'oxydation d'hydrocarbures de paraffines à poids moléculaire élevé.

Société HENKEL & C^{ie} G. m. b. H. résidant en Allemagne.

Demandé le 2 février 1938, à 14^h 32^m, à Paris.

Délivré le 11 juillet 1938. — Publié le 11 octobre 1938.

(Demande de brevet déposée en Allemagne le 27 février 1937. — Déclaration du déposant.)

Par l'oxydation avec de l'air, à des températures élevées, d'hydrocarbures de paraffines à poids moléculaire élevé, qui résultent de la synthèse de l'essence d'après Franz Fischer, on obtient, d'après les procédés connus, des acides gras bruts, qui sont relativement foncés et contiennent une forte portion d'éléments insolubles dans l'essence de pétrole et occasionnent la mauvaise distillabilité de ces acides bruts.

Or, la Demanderesse a trouvé que l'on obtient des acides bruts très clairs, d'une très faible teneur en éléments insolubles dans l'essence de pétrole et d'une distillabilité particulièrement bonne, si l'on oxyde les paraffines à poids moléculaire élevé résultant de la synthèse de l'essence d'après Franz Fischer, à une température de 105 à 120°, en laissant sortir l'air par des trous très fins d'un serpentín métallique adapté au fond du récipient d'oxydation, et si l'on utilise comme catalyseur une petite quantité de permanganate pulvérisé, avec addition de faibles quantités de composés alcalins à réaction alcaline, tels que du savon alcalin, de l'alcali caustique ou du carbonate alcalin.

L'efficacité spéciale du nouveau procédé ne pouvait pas être prévue. Elle est basée sur le fait que, pendant la réaction du permanganate avec la paraffine ou ses produits

d'oxydation, il se forme des systèmes catalyseurs exerçant une action particulièrement favorable, et dont l'efficacité est encore augmentée par la présence d'alcali, de sorte que l'on obtient des acides bruts clairs, avec une teneur négligeable en oxacides insolubles dans l'essence de pétrole, et d'une distillabilité particulièrement bonne.

Pour le traitement complémentaire du produit de l'oxydation, on peut procéder de la manière connue. On peut, par exemple, saponifier le produit de l'oxydation avec des alcalis, éliminer de la solution de savon aqueuse une partie des éléments insaponifiables, par séparation mécanique, et soustraire à la solution le reste des éléments insaponifiables, par extraction avec des dissolvants organiques insolubles à l'eau. La partie insaponifiable obtenue de cette manière contient encore souvent de petites quantités de savon. A la partie insaponifiée, on ajoute, en général, de la paraffine fraîche et on emploie ce mélange pour une nouvelle oxydation. En raison de la présence de savon, une autre addition d'alcali ou de savon est alors souvent inutile; il suffit de veiller à ce que le mélange à oxyder ne contienne pas plus de 1,5 à 2 % environ de savon.

En dépendance de la matière de départ, il s'est montré souvent avantageux d'humec-

Prix du fascicule : 10 francs.

ter avec de la vapeur d'eau l'air employé pour l'oxydation.

Pour faciliter l'amorçage de l'oxydation, on peut chauffer le mélange de paraffines à une température un peu plus élevée, et après le début de la réaction, abaisser la température au degré voulu.

Exemple 1. — 18 kg. de paraffines à poids moléculaire élevé, résultant de la synthèse de l'essence d'après Franz Fischer (point d'ébullition 345 à 430°) et comprenant 60 % de paraffine fraîche et 40 % d'éléments insaponifiables provenant d'une oxydation précédente, sont additionnés de 18 gr. de KMnO_4 + 18 gr. de soude caustique, et sont soufflés, pendant 35 heures, avec de l'air à 112-118°. Après le traitement complémentaire, on obtient un acide gras brut clair d'une bonne distillabilité; indice de saponification 141,1.

Exemple 2. — 20 kg. d'un mélange de paraffines à poids moléculaire élevé, résultant de la synthèse de l'essence d'après Franz Fischer (point d'ébullition 320 à 440°), 10 gr. de KMnO_4 + 40 gr. de carbonate de soude, sont soufflés avec de l'air contenant 2,5 % de vapeur d'eau; on chauffe d'abord à 125°, puis, après le début de la réaction, on laisse la température s'abaisser à 105°; durée de l'oxydation : 55 heures. Après le traitement complémentaire, on obtient un acide gras brut clair d'une bonne distillabilité; indice de saponification 179,4.

Exemple 3. — 20 kg. d'un mélange de paraffines à poids moléculaire élevé, résultant de la synthèse de l'essence d'après Franz Fischer (point d'ébullition 320 à 440°), et composé de 40 % de paraffine fraîche et de 60 % d'éléments insaponifiables avec 3,08 % de savon, provenant d'une oxydation précédente, sont oxydés, après addition de 0,1 % de KMnO_4 , pendant 54 heures, à 115°. Après le traitement complémentaire, on obtient un acide gras brut clair d'une bonne distillabilité; indice de saponification 120,8.

RÉSUMÉ:

L'invention a pour objet un procédé de fabrication de produits de l'oxydation d'hydrocarbures de paraffines à poids moléculaire élevé, résultant de la synthèse de l'essence d'après Franz Fischer, par traitement avec de l'air ou d'autres gaz contenant de l'oxygène, à température élevée, en présence de catalyseurs, ce procédé présentant les caractéristiques suivantes :

1° On effectue l'oxydation à une température de 105 à 120° C., en présence de minimales quantités de permanganates, comme le permanganate de potasse, et de composés alcalins à réaction alcaline, tels que du savon, des alcalis caustiques ou des carbonates alcalins;

2° La partie insaponifiable résultant du traitement complémentaire du produit de l'oxydation et contenant encore de faibles quantités de savon est coemployée pour l'oxydation d'une composition fraîche, en une quantité telle que le mélange à oxyder contienne environ 1,5 à 2 % de savon;

3° On provoque l'oxydation à des températures au-dessus de 120° et on la poursuit ensuite à 105-120° C.

Société HENKEL & C^e G. m. b. H.

Par procuration :

L. CHASSEVENT et P. BROU.