

Vorläufiger Untersuchungsbefund

~~003~~
~~U0488a~~

Eingang der Probe am 19. Januar 1940.
Herkunft: Ruhrchemie A.G., Oberhausen-Holten
Bezeichnung: Synth. Weichparaffin 320 - 460°
äußere Eigenschaften: Hellgelb, talgartig weich, ölhaltig

I. Analytische Untersuchung (Dr. Leithe)

Erstarrungspunkt (rotierendes Thermometer) 45°

Dichte d_{20} 0,775

Jodzahl (Kaufmann) 23

OH-Zahl 11

Säuresahl 1

Versäifungszahl 9

Gehalt an n-Paraffinen 50%, 54%

Elementaranalyse C: 84,10%, H 14,40%

Fraktionierung

Fraktion	Stode- grenzen (0,5 mm Hg)	Gew. %	Jod- zahl	Mol- Gew.	% Olefine berechnet	Säure- zahl	Versäif. Zahl	OH-Zahl	Erstarr- Punkt	n-Par- raffine
1	64 ^H -116	20,8	37	235	34	3	14	23	-	43
2	116-172	20,8	28	279	31	0	10	12	28,5	54
3	172-198	21,5	22	310	27	1	12	8	38,5	53
4	198-223	20,3	16	343	22	1	9	4	49,5	56
5	223-250	11,3	12	400	19	1	6	4	59,0	59
Rückstand		5,3	10						68,5	

x) Rasches Ansteigen auf etwa 100°.

Kriterien

Hydrierbedingungen: 200 atü, 200°, 3% Nickelkontakt.
Eigenschaften und Analysenzahlen des Hydrierproduktes

Farbe: rein weiß
Erstarrungspunkt: 44°
Dichte: $d_{20} 0,771$
Jodzahl: 0,5
OH-Zahl: 13
Säuresahl: 0
Verseifungszahl: 0
Gehalt an n-Paraffinen: 67%, 69%.
Elementaranalyse C: 83,90%, H: 14,41%

Fraktionierung des Hydrierungsproduktes

Fraktionen	Siets- grenzen (0,6 mm Kg)	Gew. %	Mol- Gew.	Säure- zahl	Verseif. Zahl	OH-Zahl	Erstarr. Punkt	n-Paraf- fine	n-Paraf. nach d. Ent- ferng. d. O- halt. Verbdg. mit H ₂ SO ₄
1	56-150	21,2	249	1	12	28		62	74
2	150-176	21,3	282	0	11	16	30,0	67	80
3	176-195	21,1	306	1	9	11	39,5	68	89
4	195-224	20,9	324	1	8	5	49,0	70	
5	224-250	12,0	405	0	4	3	57,5		
Zusatz		3,5					68,5		

II. Oxydierbarkeit (Dr. Kürzinger)

Aus den bisher in kleinerem Maßstab durchgeführten Versuchen geht hervor, daß der überoxydierte Rohparaffingatsch ohne Schwierigkeiten in der üblichen Weise mit Luft oxydierbar ist. Hinsichtlich des Farbwertes befriedigen die erhaltenen Oxydationsprodukte noch nicht ganz. Dasselbe gilt auch für den hydrierten Paraffingatsch.

Nach einer Raffination mit Lösungsmitteln liefert sowohl der unhydrierte als auch der hydrierte Paraffingatsch Oxydationsprodukte, die auch hinsichtlich des Farbwertes vollkommen unseren Anforderungen entsprechen und die zur Gewinnung einwandfreier Fettsäuren sehr gut geeignet sind.

Eigenschaften einer Seife aus oxydierten Rohgatsch

0483

Aus dem Oxydationsprodukt des nicht mit Lösungsmitteln behandelten Gatsches wurde durch Verseifung und Abtrennung des Unverseifbaren eine Seifenprobe hergestellt. Handwaschversuche ergaben normale Schaum- und Waschfähigkeit. Hinsichtlich des Geruchs verhält sich die Seife eher besser wie die aus normalen Fischerparaffin (drucklose Synthese mit Kobalt-Kontakten) gewonnenen Produkte, erreicht aber noch nicht die Qualität der Produkte aus gereinigten Braunkohlenparaffinen bzw. a) Fischerparaffin der Mitteldrucksynthese (Kobalt-Kontakt).

Zusammenfassung

Der überandte Paraffingatsch stellt eine Paraffinfraktion dar, die hinsichtlich des Siedeverhaltens und der Molekulargröße im wesentlichen dem üblichen Fischerparaffin entspricht. Es wäre angezeigt, etwa 10% niedrigsiedende Anteile nicht der Paraffinoxidation zuzuführen.

Die überandte Probe enthält außer Paraffinkohlenwasserstoffen noch ca 25% Olefine sowie etwa 10-15% sauerstoffhaltige Produkte (Alkohole und Ester), deren Anwesenheit aber für die Zwecke der Paraffinoxidation an sich nicht als Nachteil anzusehen ist. Die unbehandelte Probe enthält etwa 55% n-Paraffine, nach der Exirierung der Olefine steigt der Gehalt an n-Paraffinen auf etwa 70% an, woraus hervorgeht, daß auch die Olefine überwiegend unverzweigt sind. Nach Entfernung der sauerstoffhaltigen Verbindungen im hydrierten Ausgangsprodukt wurden im Mittel ca 85% n-Paraffine nachgewiesen. Der Rest d.h. etwa 15% sind als Isoparaffine aufzufassen. Dieser Gehalt an Isoparaffinen ist wesentlich niedriger wie bei dem bisher üblichen Fischerparaffin, aber merklich höher als bei den Produkten der Mitteldrucksynthese mit Kobalt und bei gereinigten Braunkohlenparaffinen.

Die Produkte lassen sich ohne Schwierigkeit oxydieren. Die Oxydationsprodukte erreichen eine völlig einwandfreie Qualität, wenn man den Paraffingatsch mit Lösungsmitteln vorbehandelt hat.

Seifen, die aus nichtbehandeltem Paraffingatsch gewonnen wurden, zeigten bei der Handwäsche normale Wasch- und Schaumwirkung. Ihr Geruch ist - entsprechend ihrem Gehalt an Isokuren - etwas besser wie bei Seifen aus

492

A 0484

- 4 -

Fischergatsch, aber schlechter wie bei Produkten aus gereinigten Braunkohlenparaffinen oder Paraffinen der Mitteldrucksynthese mit Kobalt-Kontakten. Erfahrungsgemäß wird die Geruchsqualität der Seifen durch Lösungsmittelbehandlung des Ausgangsparaffins wesentlich verbessert.

Die vorliegenden Versuche haben demnach ergeben, daß die übersandte Probe Paraffingatsch sich zur Herstellung von Seifen mit Hilfe der Paraffinoxydation eher besser eignet wie der bei Normaldruck über Kobalt-Kontakten gewonnene Fischergatsch. Die Qualität gereinigter Braunkohlenparaffine bzw. synthetischer Mitteldruckparaffine (Kobalt-Kontakte) wird aber noch nicht erreicht.

Leithe Künzinger