

Abteilung 51
Mannes / Lew.
16.3.1940.
4 Ex.

Handwritten signature

~~123~~

621

Leber Alkohole und Fettsäuren der Ruhrchemie.

1. Eigenschaften des Alkohols.

Nr.	Eingang:	C-Kette :	Length :	Aussere Beschaffenheit :
6	29.1.40	11	ca. 2 000 g	farbl.; flüssig
7	" " "	12	" 800	" "
8	" " "	14	" 1 200	" ; fest-kristallin.
9	" " "	15	" 800	" " "
11	5.2.40	16	" 750	" " "
12	12.2.40	13	" 750	" ; flüssig
13	12.2.40	14	" 850	" ; fest-krist.
14	12.2.40	15	" 1600	" " "

Siedeanalyse :

W 0612

Ansatz : 250 g.

Fr.	Siedepunkt °C bei 760 mm	Ausbeute		OHZ:	JZ:	Prim. Alkohole		Norm-K-Ver C-Kette
		g	Jew. %			C-Kette theor.	OHZ: theor.	
1	85-135	20,0	8,-	17,2	29,7	ca. C ₃ +C ₄	ca. 844 ca.	C ₇ -C ₈
2	135-145	17,0	6,8			" C ₅	"	C ₈ -C ₉
3	145-160	12,7	5,0			" C ₅	"	C ₉
4	160-175	10,5	4,2			" C ₆	"	C ₁₀
5	175-190	11,5	4,6			" C ₇ (C ₈)	"	C ₁₀₋₁₁
6	190-205	23,0	9,2			" C ₈	"	C ₁₁
7	205-215	31,0	12,4	251	7,6	" (C ₈)C ₉	399	C ₁₁
8	215-225	19,5	7,8			" C ₉ (C ₁₀)	"	C ₁₂
-8	85-225	145,2	58,0			" bis C ₉	"	C ₇ -C ₁₂
9	225-233	17,5	7,0			" (C ₉)C ₁₀	"	C ₁₂ -C ₁₃
10	233-260	14,0	5,6			" C ₁₀ -C ₁₁	"	C ₁₃ -C ₁₄
9+10	225-260	31,5	12,6			" C ₁₀ -C ₁₁	"	C ₁₂ -C ₁₄
11	260-290	14,5	5,8	255	5,9	" C ₁₁ -C ₁₃	301	C ₁₅ -C ₁₆
12	290-320	7,5	3,0			" C ₁₄ -C ₁₅	"	C ₁₇ -C ₁₈
13	320-245	7,5	3,0			" C ₁₆ -C ₁₇	"	C ₁₉ -C ₂₀
14	345-365	13,5	5,4	186	5,0	" C ₁₇ -C ₁₈	207	C ₂₁
15	365-395	12,0	4,8			" C ₁₉ -C ₂₀	"	C ₂₂ -C ₂₄
16	395-415	14,0	5,6	160	10,4	" C ₂₀	188 ub.	C ₂₄
11-16	260-415	69,0	27,6			" C ₁₁ -C ₂₀		
17	über 415	5,0	2,0			über C ₂₀		

+) Die Fraktionierung wurde in einer kleinen Kolonne (n. Vigreux) - 400 x 35 mm - vorgenommen; ab Frakt. 10 wurde im Vacuum bei 15 mm destilliert.

Schlussfolgerung:

Aus Kennzahlen und Siedeanalyse ist zu erkennen, dass sich die Alkohole in den höheren Fraktionen anreichern. Eine vollkommene Trennung der Alkohole von den Kohlenwasserstoffen durch eine fraktionierte Destillation des vorliegenden Gemisches ist nicht möglich.

1613

623

II. Sulfonat.

a) Gesamt-Gemisch.

Sulfonierte Anteile des Alkohol-Kohlenwasserstoff-Gesamtgemisches : ca. 54 %
 Unsulfierter Anteil : 46 %.

C:	H:	Ohl:	SZ:	JZ:	Ausgangs- JZ:
81,4	13,7	42,2	1,7	15	15,7

125 g des Unsulfirten wurden aus einer 1/2 m hohen Pullkörperkolonne fraktioniert destilliert.

Frakt.	g	%	Sdp. b. 12 mm	Sdp. b. 760 mm	ungefähre C-Kette nach d. Sdp.
1	17	16,6	32-42°	140-153°	C ₉
2	18	14,4	42-62°	153-177°	C ₁₀
3	19	15,2	62-76°	177-196°	C ₁₀ -C ₁₁
4	21	16,8	76-88-106°	196-211-234°	C ₁₁ -C ₁₃
5	43	34,4	<u>Rückstand wurde aus einer Stichelkolonne weiter destilliert.</u>		
	118	97,4			
1	10		121-164°	252-301°	C ₁₄ -C ₁₇
2	9		164-215°	301-357°	C ₁₇ -C ₂₁
3	22		Endrückstand		über C ₂₁

Das Sulfonat war ein farbloses, klar wasserlösliches trockenes Pulver, das ein befriedigendes Schaum- und Netzvermögen besitzt, dagegen aber einen nur geringen Wascheffekt zeigt.

200614

- b) Fraktion 220 - 395° (ca. 45 % des Ges.-Gemisches)
OHZ: 250.

Sulfonierter Anteil : 85 %
Unsulfonierter " : 15 %

OHZ: SZ:
8,9 1,9

Siedeverhalten von 15 g des Unsulfierten.

Frakt.	g	%	Sdp. b. 15 mm	Sdp. b. 760 mm	C-Kette n. Sdp.
1	3	20	123-140°	249-269°	C ₁₄ -C ₁₅
2	3	20	(140-160)176°	269-292-312°	C ₁₅ -C ₁₈
3	7	46,7	176-270°	312-416°	C ₁₈ ca. C ₂₇
4	1	6,6			
	14	93,4			

Das Sulfonat war ein schwach gelb gefärbtes, schüttiges, klar wasserlösliches Pulver, dessen Wasserlösungsvermögen ebenfalls unbefriedigend war. Schaum- und Netzvermögen waren gut.

III. Natronseife.

a) Gesamt-Gemisch.

Die aus dem Alkohol-K.W.-Gesamtmisch in einer Ausbeute von 52 % gewonnene Fettsäure war flüssig und zeigte neben dem Fettsäuregeruch einen schwachen, unangenehmen Beigeruch.

Kp.: 1,5 110-234°, SZ: 296, VZ: 304, *UVI 3,5* %

625

Siedeanalyse :

Ansatz : 150 com.

Frakt.	Siedebereich °C/mm	com		SZ:
			%	
1	110-121/1,5	46	30,6	260
2	121-132/1,5	32	21,3	332
3	132-152/1,5	20	13,3	304
4	152-185/1,5	16	10,6	262
5	185-234/1,5	29	19,3	209
Rückst.		7	4,6	169

Dieatronseife besitzt in Konzentrationen, die für textilstische Zwecke in Frage kommen, ein geringes Schmutz-, Fett- und Wascvermögen.

b) fraktion 220 - 395° (ca. 45 % des Ges.-Jealiches)
OZ: 250.

Die aus der alkohol-K.W.-Fraktion in einer Ausbeute von 82 % hergestellte Fettsäure war ebenfalls flüssig und besass einen unangenehmen Leigeruch.

Kp.: 1,5 120-230°, SZ: 273, VZ: 276, UZ: 1,3, UVI: 3,5 %.

Dieatronseife besitzt ein befriedigendes Reinigungsvermögen, in der Wascwirkung erreicht die Seife jedoch Kern- und Hartfettseife nicht ganz.

Das Schaum- und Netzvermögen ist in Konzentrationen, die für textilistische Zwecke in Frage kommen, gering.

Stückseife ist beim Handwaschversuch ausreichend im Schaum- und Reinigungsvermögen. Die Seife und die gewaschenen Hände besitzen jedoch einen unangenehmen, stark anhaftenden Geruch.

Ueber Alkohole und Fettsäuren der Ruhrchemie.

4.) Alkohol - Kohlenwasserstoff - Gemisch, erhalten
am 10. Januar 1940.

I. Eigenschaften des Alkohols.

13,5 kg gelb gefärbtes, dünnflüssiges Öl, das einen starken
Geruch nach Benzin-K.-Wen und niederen Fettalkoholen zeigt.

Kennzahlen :

SZ: 0,8; VZ: 11; OHZ: 165,5; COZ: 10; JZ: 15,7; Mol.-Gew. 165;
C = 79,6 % ; H = 13,3 % ; O ber. 6,5 %.

Theoret. Sauerstoffgehalt nach der OHZ :	4,73 %
" " " " COZ :	0,29 %
" " " " VZ :	0,31 %
" " " " OHZ, VZ,) und COZ :	5,33 %

Schlussfolgerung :

Im H₄-Gemisch liegen rund 73 % des vorhandenen Sauerstoffs
als Alkohol vor. Etwa 18 % des Sauerstoffes sind weder durch
die OHZ-, COZ-, oder VZ-Bestimmung erfasst worden.

Kennzahlen :

10618

Nr. C-Kette	Ghz:	SZ:		VZ:	COZ:	J-Z:	C:	H:	Sauerstoff:	Ber. ber. f. das aus 100 - 100% C C, H Oz	Ber. ber. f. das aus 100 - 100% C C, H Oz	Ber. ber. f. das aus 100 - 100% C C, H Oz
		gef.	theor.									
6	11	312,5	326	0,5	2,8	0	0	76,86	13,72	9,42	9,92	94,6
7	12	290	301	0,5	7,1	0	0,7	77,07	13,60	9,33	8,23	98,8
8	14	240	262	0,4	5,1	0	1,7	78,55	13,96	7,49	6,87	91,6
9	15	223	246	0,4	6,1	0	0,4	79,33	13,84	6,93	6,37	93,5
12	13	227	231	0,5	4,0	0,2	3,0	79,50	13,87	6,63	6,48	97,8
12	13	276,5	280	0	4,3	5,3	0	78,05	13,87	8,08	7,9	97,8
13	14	254	262	0,5	3,1		2,0	78,83	13,88	7,29	7,27	99,9
14	15	237	246	0,6	4,7	1,3	2,3	79,10	13,87	7,03	6,78	96,5

Siedeverhalten :

Nr.	C-Kette	Siedepunkt : °C		Schmelzpunkt: °C			
		gef. :		theor..	gef.	Erst.- Steig.- St.	theor.
6	11	2,4	108,121/11 mm	131/15	-	-	-
		96,4	121-129/ "		-	-	-
		1,2	üb. 129/ "		-	-	-
7	12	6,0	132-136/12 mm	143,5/15	-	-	-
		91,2	136-141/ "		-	-	-
		2,8	üb. 141/ "		-	-	-
8	14	3,2	120-147/12 mm	167/14	20,7	14,0	35
		94,0	147-163/ "				
		2,8	üb. 163/ "				

00619

629

Nr.	C-Kette	Siedepunkt: ° C.		Schmelzpunkt: ° C.			
		gef. :		theor.	gef. Steig.- F. Sm.	Erst.- F.	theor.
9	15	6,2 %	145-164,5/12 ml	?	25	20	45,5
		92,4 %	164,5-173/ "				
		1,4 %	Üb. 173/ "				
11	16	5,0 %	110-135/1 mm	183/9,5	33-33,5	27,5	49,5
		92,0 %	135-147/ "				
		3,0 %	Üb. 147/ "				
12	13		144-146/10 mm	155,5/15	-	-	30,5
13	14	4,0 %	151-155/12 mm	160/10			38
		94,0 %	155-174,5/12 ml.				
		2,0 %	Üb. 174,5/ "				
14	15	5,0 %	166-170/12 mm	?			45,5
		92,0 %	170-193/ "				
		3,0 %	Üb. 193/ "				

II. Sulfonat.

Die Sulfonate sind sämtlich farblose, in der Wärme klar wasserlösliche Pulver. Die Sulfonate aus C₁₄ und C₁₅-Alkoholen ergeben wässrige Lösungen, die sich in der Kälte trüben.

Die beiden Sulfonate aus C₁₄ u. C₁₅-Alkoholen besitzen ein dem normalen Fettalkohol-Sulfonat etwa gleichwertiges Wasch- und Schaumvermögen. Das Waschvermögen des Sulfonates aus C₁₂-Alkohol ist geringer als das der beiden vorerwähnten Sulfonate, und dasjenige aus C₁₁-Alkohol ist bedeutend geringer.

Das Schaum- und Netzvermögen sämtlicher Sulfonate ist gut. Der Schaum ist bei den Sulfonaten aus C₁₄ u. C₁₅-Alkoholen gut und bei denjenigen aus C₁₂ u. C₁₁-Alkoholen weniger gut beständig.

200620

030

III. Natronseifen.

Die Alkohole lassen sich sämtlich in fast theoretischer Ausbeute in die entsprechenden Fettsäuren überführen.

Keinzzahlen der Fettsäuren :

Nr.) C-Kette	SZ:	VZ:	SZ: theor.	SZ nach d.OHZ:	UV: %	
6	11	294	299	302	289	0,3
7	12	283,5	288,5	280	275	0,3
8	14	247	251	246	226	0,3
9	15	231	236	232	211	0,5
11	16	216,5	217	219	215	1,2
13	14	243	244	246	239	0,8
14	15	230	236	232	224	1,4

Siedeverhalten :

Nr.	C-Kette	Siedebereich ° C mm.	Schmpt. ° C.
6	11	137-140/2	-
7	12	137-141/1	24,5
8	14	171-174/3,5	33
9	15	170-173/1,5	36
11	16	180-184/2,5	45,5
13	14	143-146/0,4	33
14	15	155-160/1,2	34

200621

- 5 -

631

Die Natronseifen aus den C_{11} u. C_{12} -Alkoholen verfügen über geringe Schaum- und Waschwirkung.

Die Natronseifen aus den C_{14} - C_{15} u. C_{16} -Alkoholen haben dagegen ein vorzügliches Wasch- und Schaumvermögen. Das Netzvermögen ist befriedigend.

Sämtliche Seifen besitzen einen teils schwachen, teils stärkeren unangenehmen Geruch, der mit diesen Seifen gewaschenen Händen lange anhftet.