

21. Okt. 1944

F. J. Sch. Pa. / Ne.

A 33

U m s e t z u n g

21. Aug 44

2393

Aluminium-sec. butylat und Magnesium-n-butylat mit Phthalsäure, Phthalanhydrid und Fettsäuren C₆ - C₉. Reaktionsgefäß 2 ltr. Rundkolben, Weithals mit Rückflusskühler und Flügelrührung, Ölbadheizung 110° C / 1 Stunde bei allen Ansätzen.

| Vers.Nr. | Mol Anhydrid; Mol Butal | Versuchsbedingungen | Ergebnis | Nach Trocknung b. 110° i. Hart.Film-bildung | L ö s l i c h k e i t | | | | Analyse n. 90° Trockensubstanz salz-ester-artige Säure % | Tatsächliches Verhalten |
|----------|---------------------------------|---|---|---|-----------------------|---|------------------------------|--------------|---|--------------------------|
| | | | | | Wasser | sek. Butyl-alkohol | Aceton | Benzol | | |
| 1 | 2 | 3 | 4 | 5 | 6 | 7 | | | | 9 |
| G I 58A | 3 Mol : 1 Mol | Anhydrid in 6-facher Mol-Zahl sek. Butanol gelöst u. Butal aus Scheidetrichter langsam aufliessen lassen, klare Lösung ohne feste Anteile | Klare viskose Lösung, die sich beim Stehen verdickt (Polymerisation wie bei Butal, schwache Braunfärbung, vgl. da-gegen G I 58B | springhart klarer Stoff 3% Abnahme | 110° | nicht löslich, unverändertes Produkt | nicht löslich, keine Trübung | klar löslich | | Mol Anhydrid : Mol Butal |
| G I 58B | 2 Mol Anhydrid ; 1 Mol Butal | wie G I 58A | klare Lösung mit gleicher oder stärkerer Polymerisations-tendenz, farblos nicht wasserbeständig | springhart klar, Trocknung b. 90° - i. Luft 30% Abnahme | 112° | nicht löslich, jedoch schwache Trübung d. Körpers | klar löslich | | | |
| G I 60D | 1 Mol Anhydrid ; 1 Mol Butal | wie G I 58A | klare Lösung, nicht wasserbeständig | kein Film, undurchsichtige, feste Masse | | | | | | |
| G I 60A | 3 Mol Phthalsäure ; 1 Mol Butal | klare Lösung ohne Säure in 4-facher Molzahl sek. Butanol gelöst u. Butal in alkohol. Verdünnung zufließen lassen | weisse Lösung mit Ausscheidungen | Nicht weiter untersucht ! | | | | | | |
| G I 60B | 2 Mol Phthalsäure ; 1 Mol Butal | klare Lösung ohne feste Anteile | klare Lösung | kein Film kristallines Produkt | | | | | | |
| G I 60C | 1 Mol Phthalsäure ; 1 Mol Butal | | | | | | | | | |
| G I 60E | 1 Mol Phthalsäure ; 1 Mol Butal | wie G I 58A in alkoholischer Lösung | schwach-gelbe Lösung, die mit Wasser be- | sehr guter Film, nicht spröde | | nicht löslich, unverändert | klar löslich | | | |

2393A

| Bezeichnung | chemische Zusammensetzung | Lösungseigenschaften | physikalische Eigenschaften | Verhalten bei Temperaturänderung | Löslichkeit |
|-------------|--|---|--|----------------------------------|--------------|
| G I 60 E | 1 Mol Phthal-säureanhydrid + 1 Fettsäure + 1 Butal | schwach-gelbe Lösung, die mit Wasser beständig ist | sehr guter Film, nicht spröde | nicht löslich unverändert | Klar löslich |
| G I 60 F | 1 Mol Phthal-säureanhydrid + 2 Fettsäure + 1 Butal | Klare gelbliche Lösung, wasserbeständig | sehr guter Film, nicht spröde, Fettsäuregeruch | nicht löslich unverändert | Klar löslich |
| G I 61 A | 1 Mol Anhydrid 1 " Phenol 2 " Butal | Klare Lösung vgl. dagegen unter Bemerkung zu GI 60A bis 60F | kein Film beim Ein-trocknen | nicht löslich unverändert | Klar löslich |
| G I 61 B | 1 Mol Magnesium-n-butylat 2 Mol Phthal-säureanhydrid | Klare Lösung nicht viskos wasserbeständig! | viskose Lsg. klar, jedoch kein Film 60% Gew.-Abnahme | bleibt weich flüssig! | |
| G I 61 C | 1 Mol Magnesium-n-butylat 1 Mol Anhydrid | Klare Lösung dünnflüssig nicht wasserbeständig | sprödes Produkt, kein Film, undurchsichtig | | |

Bemerkungen zu:

G I 58A Bei 15% und 30% Di-iso-butylphthalatzusatz ergibt sich auf dem Wasserbad bei einer bestimmten Viskosität schwache silberglänzende Fadenbildung. Die Fadenbildung ist jedoch bei Weitem nicht so fein wie bei den Magnesiumseifen auf Magnesiumalkoholat-Basis.
Die angegebene klare Löslichkeit von 110 getrocknetem Produkt wird durch Behandlung auf 160° aufgehoben.
Die klare Lösung zeigt mit Wasser starke Absfällung von Hydroxyd, weisse Trübung.

G I 60A + G I 60D Lösung verdickt nicht! weisse Ausscheidung, Ansatz wurde als wasserbeständiger Verdicker erwartet, tatsächlich aber verdickt er nicht. Sonst keine weissen Ausscheidungen. Die Filme sind ebenfalls in Essigester klar löslich.

G I 60E + G I 60F Das Magnesium-n-butylat enthält noch 22% freien n-Butylalkohol, der vorher nicht abdestilliert wurde. Die Lösungen bleiben dünnflüssig im Gegensatz zu den magnesiumfettsäuren Seifen.

G I 61A + G I 61B

Wichtiges umringeln
in 16 um
Corrosion bei 160°C.

| GI | 20°C | 30°C | 40°C | 50°C | 60°C | 70°C | 80°C | 90°C | 100°C |
|--------|------|------|------|------|------|------|------|------|-------|
| GI 58A | 1.9 | 1.8 | 1.7 | 1.6 | 1.5 | 1.4 | 1.3 | 1.2 | 1.1 |
| GI 60A | 1.9 | 1.8 | 1.7 | 1.6 | 1.5 | 1.4 | 1.3 | 1.2 | 1.1 |
| GI 60E | 1.9 | 1.8 | 1.7 | 1.6 | 1.5 | 1.4 | 1.3 | 1.2 | 1.1 |
| GI 60F | 1.9 | 1.8 | 1.7 | 1.6 | 1.5 | 1.4 | 1.3 | 1.2 | 1.1 |
| GI 61A | 1.9 | 1.8 | 1.7 | 1.6 | 1.5 | 1.4 | 1.3 | 1.2 | 1.1 |
| GI 61B | 1.9 | 1.8 | 1.7 | 1.6 | 1.5 | 1.4 | 1.3 | 1.2 | 1.1 |

genau
GI 58A
GI 60A
GI 60E
GI 60F
GI 61A
GI 61B

Ergebnis: Beim K. d. Alkohol Nachprüfversuchen bis zu 160°C kein Verfall. In Essigester klar löslich. Undurchsichtig.