

, den 26. Juni 1940

Go/Sche

3448-30/5 01 - 11

I. Beispiele für Paraffinoxydation.

1. Beispiel.

200 g unraffiniertes Hartparaffin mit einem Schmelzpunkt von 95° wurde mit einer Lösung von 250 g Natriumbichromat in 2500 g Schwefelsäure (55 % ig) unter Rühren auf 125° erhitzt. Nach einer Reaktionsdauer von 4 Stunden war der gesamte zur Oxydation verfügbare Sauerstoff unter Reduktion des sechswertigen auf dreiwertigen Chrom verbraucht. Nach Abgießen der verbrauchten Chromschwefelsäurelösung wurde das anoxydierte Paraffin erneut unter obigen Bedingungen behandelt. Nach viermaliger Oxydation und anschließender Reinigung wurde ein Produkt erhalten mit einer N Z von 32 und einer V Z von 32, was einem Fettsäuregehalt von ca. 34 % entspricht. Die Ausbeute an oxydiertem Paraffin betrug nach viermaliger Oxydation 75 %.

2. Beispiel.

200 g Tafelparaffin mit einem Schmelzpunkt von 52°C wurde unter Rühren mit einer Lösung von 300 g Natriumbichromat in 2500 g Schwefelsäure (40 % ig) bei 110°C oxydiert. Nach acht Stunden war der gesamte verfügbare Sauerstoff des Natriumbichromats verbraucht und nur noch Chrom (3) Salz vorhanden. Die verbrauchte Chromschwefelsäurelösung wurde abgegossen und obige Behandlung des Tafelparaffins unter denselben Bedingungen wiederholt. Bei fünfmaliger Oxydation wurde ein Produkt erhalten, das eine N Z von 34 und eine V Z von 34 aufweist. Die Ausbeute an oxydiertem Tafelparaffin, bezogen auf eingesetztes Produkt, betrug 74 %.

II. Beispiele zur Oxydierung von Paraffinen über Chlorierung.

1. Beispiel.

200 g unraffiniertes Hartparaffin wurde auf 150°C erhitzt und dann unter Rühren solange Chlor eingeleitet, bis die Gewichtszunahme 16 g betrug. Das chlorierte Produkt wurde solange auf 300-310°C erwärmt, bis keine gasförmige Salzsäure mehr frei wurde. Hierbei entstand ein chlorfreies nahezu rein olefinisches Produkt mit einer Jodzahl von 48. Oxydiert man dieses bei 110° unter Rühren mit einer Lösung von 250 g Natriumbichromat in 2500 g (40 % iger Schwefelsäure, so ist nach ca. sieben Stunden der gesamte, aus dem Natriumbichromat unter Reduktion zu dreiwertigem Chrom frei

000543

verwendende Sauerstoff zur Oxydation verbraucht. Wiederholt man diese oxydative Behandlung nach Abgießen der verbrauchten Chromschwefelsäurelösung noch einmal unter denselben Bedingungen, so wird nach Reinigung ein Produkt mit einer N Z von 94,6 und einer V Z von 163,5 erhalten. Es entstehen fast nur gesättigte Fettsäuren, wie sich aus der geringen Jodzahl von 2,3 ergibt. Die Ausbeute an oxydiertem Produkt, bezogen auf eingesetztes Paraffin, betrug 87 %.

2. Beispiel.

200 g Tafelparaffin mit einem Schmelzpunkt von 52° wurde auf 140-150° erhitzt und dann unter Rühren Chlor eingeleitet. Nach einer Chloraufnahme von 20 g wurde das Produkt auf 300°C mehrere Stunden erhitzt, wobei Salzsäuredämpfe entwichen. Nach Aufhören der Salzsäureabspaltung wurde ein ohlogreies, olefinisches Produkt erhalten, mit einer Jodzahl von 51. Durch seine Oxydation bei 110° unter Rühren mit einer Lösung von 250 g Natriumbichromat in 2200 g Schwefelsäure war nach neun Stunden der gesamte Sauerstoff unter Reduktion des Chrom-(6) Salzes zu Chrom(3) Salz verbraucht. Nach Abgießen der verbrauchten Chromschwefelsäurelösung wurde die Oxydation unter obigen Bedingungen noch einmal wiederholt. Es wurde dabei nach der Reinigung ein fettsäurereiches Produkt mit einer N Z von 91,6 und einer V Z von 110,4 erhalten. Ungesättigte Fettsäuren waren kaum vorhanden, wie die Jodzahl von 3,6 zeigt. Die Ausbeute, bezogen auf eingesetztes Tafelparaffin, betrug 83 %.

III. Beispiele zur Herstellung von Wasseremulsionen mit oxydiertem Paraffinen.

1. Beispiel.

5 Teile Fettsäuren aus Primärprodukten der Fischer-Synthesen und 15 Teile anoxydiertes Harparaffin mit einem Stockpunkt von 96°C und einer N Z von 33 werden auf 95° erhitzt, zunächst eine Lösung von 1 g Natronlauge in 10 g heißem Wasser und dann noch 69 g heißes Wasser unter dauerndem Rühren zugeben. Es bildet sich hierbei nach dem Abkühlen eine weiße, salbenartige stabile Emulsion.

2. Beispiel.

5 Teile oxydiertes Weichparaffin mit einem Stockpunkt von 20° und einer N Z = V Z von 45 wurden mit 20 Teilen oxydiertem Harparaffin, dessen Stockpunkt 95° und dessen N Z und V Z 34 betrug

000544

auf 95° erhitzt. Dann wurde 1 g Kaliumkarbonat in 10 g heißem Wasser gelöst und unter Rühren zu der Paraffinmischung gegeben. Nach Hinzufügen von weiteren 64 g heißem Wasser bildet sich eine stabile Emulsion, die nach dem Erkalten von pastenartiger Konsistenz ist.

3. Beispiel.

30 Teile Fettsäuren mit der N Z von 95 und der V Z von 164, die aus Hartparaffin mit dem Schmelzpunkt 95° durch Chlorieren, Abspalten von Salzsäure und Oxydation hergestellt worden waren, wurden auf 95° erhitzt. Dann wurde unter Rühren eine Lösung von 1 g Kaliumkarbonat in 10 g heißem Wasser und später noch 59 g heißes Wasser allmählich zu den Fettsäuren hinzugegeben. Es bildet sich eine stabile Emulsion, die in der Kälte salbenartige Konsistenz aufweist.

4. Beispiel.

12,5 Teile aus Tafelparaffin vom Schmelzpunkt 52° durch Chlorieren, Abspalten von Salzsäure und Oxydation, entstandene Fettsäuren mit der N Z von 91,6 und der V Z von 110,4 wurden mit 12,5 Teilen Hartparaffin mit einem Schmelzpunkt von 95° auf 98° erhitzt. Dann wurde unter Rühren (von) eine Lösung von 0,5 Kaliumkarbonat in 10 g heißem Wasser und dann allmählich noch 64,5 g heißes Wasser zugegeben. Es tritt Emulsionsbildung ein. Nach dem Erkalten bildet sich eine salbenartige Paste.

J. J. J.