

000312

B

Ruhrchemie Aktiengesellschaft
Oberhausen-Höfen
Abt. HL - Rg/Mm.

28. August 1942.

Herrn Dir. Dr. H a g e m a n n .

Betrifft: Analytische Bearbeitung eines Esteröls der I.G. Farben.

Ein Esteröl der I.G. Farben, bezeichnet ME 96, wurde in der Molekulardestillations-Apparatur bei einem Druck von durchschnittlich 5×10^{-4} mm Hg in die nachstehend aufgeführten Einzelaktionen zerlegt:

Siedetemp.	Gew.% ⁺⁺⁾	D ₂₀	V _{50E}	VPH.	N.Z.	VZ.	+) J.Z.
	-	0,806	10,1	1,59	0,26	58,5	- 19,3
0 - 130°	26,5	0,879	1,9	1,46	0,19	106,5	42 27,1
130 - 160°	15,3	0,889	3,5	1,59	0,18	113,8	50 21,3
160 - 190°	12,4	0,884	5,9	1,75	0,2	81	43 22,9
190 - 220°	10,1	0,873	15,6	1,91	0,3	35,0	22 21,9
220 - 250°	10,5	0,866	40	1,89	0,3	12,2	8 19,9
250 - 280°	4,6	0,866	95,0	1,81	0,33	4,4	4 16,2
Rückstand	18,6	0,866	212	1,75	0,21	1,3	2 10,7
Kondensat	2,0	-	-	-	9,35	14,1	- 19,5

⁺⁺⁾ Angenähertes mittleres Molgewicht.

^{+))} Angenäherter Estergehalt in Vol.-%.

Wie ersichtlich, ist der Esteranteil in den niedrig siedenden Fraktionen am stärksten vertreten, erkennbar an den hohen V.Z.-Werten und den hohen Dichten. Wenn man die VPH-Werte sämtliche Einzelaktionen anteilmäßig in Rechnung setzt erhält man nicht die VPH des Ausgangsöles von 1,59, sondern einen etwas höheren Wert. Es zeigt sich auch hier, daß die VPH-Werte von Ölen bzw. Ölfractionen verschiedener Viskosität und Viskositätspolhöhe nicht streng additiv sind. Im allgemeinen wird der wahre Wert tiefer gefunden als dem errechneten entspricht.

Von der am stärksten vertretenen Fraktion 0 - 130° (26,5 Gew.%) wurde eine etwas eingehendere chemische Analyse durchgeführt. Eine zunächst vorgenommene Extraktion der vorhandenen Ester mit Methanol und anschließende Verseifung mit wässriger Kalilauge führte zu nicht ganz eindeutigen Ergebnissen. Diese Untersuchungen wurden daher vorzeitig abgebrochen. Schließlich wurde wie folgt verfahren:

100 ccm der Fraktion 0 - 130° wurden mit 60 ccm Äthylalkohol und 15 g festem KOH 3 Std. verseift. Danach hatte sich ein Kristallbrei ausgeschieden, von dem abgesaugt wurde. Das Filtrat bestand aus 2 scharf getrennten Flüssigkeitsschichten: einer oberen alkoholischen Alkaliphase, in der vorwiegend die gebildeten Alko-

Durchschrift

313008

000313

hole und geringe Mengen fettsaurer Salze gelöst waren, und einer unteren, im wesentlichen aus Kohlenwasserstoffen bestehenden Schicht. Auf Einzelheiten der Aufarbeitung wie z.B. Abtrennung geringer Mengen von Alkoholen aus dem Kohlenwasserstoffgemisch, Isolierung kleiner Mengen höhermolekularer Fettsäuren usw., soll hier nicht näher eingegangen werden. Als wesentlich sei nachstehend folgendes hervorgehoben:

- 1.) Der Kristallbrei erwies sich nach dem Aufarbeiten als das saure Kaliumsalz der Adipinsäure, die durch Schmelzpunkt nach mehrmaligem Umkristallisieren, ferner durch Silbersalzfällung und NZ.-Bestimmung eindeutig identifiziert wurde. Ihre Menge in der vorliegenden Fraktion dürfte annähernd 20 Gew.% betragen.
- 2.) Das von sauerstoffhaltigen Verbindungen freie Kohlenwasserstoffgemisch in einer Menge von annähernd 60 Gew.% dieser Fraktion ergab bei der Ölanalyse folgende Werte: $v_{50} = 2,25$, $D_{20} = 0,844$, $VPH = 1,73$, $J.Z. = 39$. Bemerkenswert erscheint, daß die VPH. mit 1,73 im Vergleich zur VPH 1,46 dieser Fraktion recht hoch ist und demgemäß den Estern eine sehr viel bessere VPH (ca. 1,2 bis 1,3) zukommen muß. Die Viskosität mit 2,25 gegenüber 1,9 ist gleichfalls höher, doch kann angenommen werden, daß die Ester im allgemeinen eine geringe Viskosität besitzen. Sehr hoch erscheint die Jodzahl von 39, die auf ein unhydriertes Produkt schließen läßt.
- 3.) Über die vorhandenen Alkohole kann gesagt werden, daß primäre Alkohole mit äußerster Wahrscheinlichkeit nicht vorhanden sind, dagegen deuten verschiedene Reaktionen (Nitrolsäureprobe, Acetylierungsgeschwindigkeit usw.) auf das Vorliegen von sekundären, evtl. sogar tertiären Alkoholen, die möglicherweise noch verzweigt sein können. Eine Destillation im Vakuum ergab bei 10 mm Hg abs. einen Siedebeginn von 150° , bis 200° destillieren 2,5 % über, von $200 - 225^{\circ} = 7,6\%$, von $225 - 245^{\circ} = 28\%$. Der Rückstand wurde nicht weiter aufgearbeitet. Kristallisierbare Anteile konnten aus den einzelnen Fraktionen nicht isoliert werden. Auch dieses läßt auf die Abwesenheit von primären Alkoholen schließen. Nach der Siedelage zu urteilen sind Alkohole mit einer C-Zahl von weniger als 14 sicher nicht vorhanden. Der gewichtsmäßige Anteil der Alkohole in dieser Fraktion beträgt annähernd 18 %.

Durch Anwendung verschiedener chemischer Methoden gelang noch die Isolierung einer kleinen Menge Fettsäuren (1,5 bis 2 %). Es war dies allerdings ein Gemisch, aus dem infolge der geringen Menge keine näher definierten Einzelbestandteile isoliert werden konnten. Das mittlere Molgewicht dürfte schätzungsweise zwischen 150 und 180 liegen.

Handwritten signature