

7. Juli 1945

003051

712

### Oxydation von Paraffin mit Nitrose

Die Oxydation von Paraffin wurde in erster Linie durchgeführt, um unter möglicher Schonung der Kettenlänge der Paraffinkohlenwasserstoffe hochmolekulare wachsartige Säuren herzustellen, die als Montanwachsersatz verwendet werden können oder bei entsprechender Weiterverarbeitung anstelle von I.G.-Wachsen oder Emulgatoren treten können.

Das Ausgangsmaterial zur Herstellung von Wachssäuren (geradkettige Fettsäuren mit C-Zahlen oberhalb 18 - 20) war RB-Hartwachs in raffinierter oder unraffiniert Form, ein Paraffingemisch mit einem Siedebeginn von 400 bis 430°, von dem bis 450° weniger als 10 % siedend und dessen mittleres Molegewicht etwa 600 ist entsprechend einer Kettenlänge von 40 bis 45. Der Erstarrungspunkt des Paraffins liegt bei etwa 90°, der Klarschmelzpunkt bei 100° und darüber. Dieses Paraffin wird bei etwa 120 bis 125° unter Zusatz von Nitrosylschwefelsäure im Rührgefäß mit Nitrose behandelt. Man verwendet auf 100 kg Einsatzmaterial 20 l Nitrosylschwefelsäure mit einem spezifischen Gewicht von etwa 1,9. Als Nitrose wird ein aus der Ammoniakoxydation stammendes Gas verwendet, dessen Stickoxydgehalt möglichst hoch sein muss, zweckmäßigerweise über 8 %. Die Nitrosemenge, die stündlich durch das Paraffin-Säure-Gemisch hindurchgeleitet wird, beträgt 65 m<sup>3</sup>. Die Herstellung der Nitrosylschwefelsäure erfolgt durch Aufsättigen von konzentrierter Schwefelsäure mit der erwähnten Betriebsnitrose. Die Oxydation wird diskontinuierlich durchgeführte Oxydationsgrad ab, sie liegt am günstigsten bei etwa 10 bis 12 Stunden, wobei die Säurezahl des Endproduktes etwa 70 bis 75 beträgt bei einer Verseifungszahl von etwa 80 bis 85. Bei dieser Säure- und Verseifungszahl liegt der Oxydationsgrad bei 50 %.

Nach Beendigung der Oxydation wird die Rührung abgestellt, wobei sich der grösste Teil der Nitrosylschwefelsäure (90 %) am Boden des Gefässes sammelt. Sie wird abgelassen und kann von neuem verwendet werden. Das rohe Oxydationsgemisch wird in ein Auswaschgefäß abgelassen und dort unter möglichst geringer Bewegung mit kochendem Wasser mehrmals ausgewaschen, bis im Waschwasser kein Sulfat mehr nachweisbar ist. Anschliessend wird das Rohprodukt getrocknet. Das getrocknete Säuregemisch aus Hartwachs wird mit OP 3 bezeichnet. Es kann schon für eine ganze Reihe von Verwendungszwecken direkt eingesetzt werden. Es ist ein fast weisses ausserordentlich hartes Produkt mit einem Erstarrungspunkt von 80° und einem Klarschmelzpunkt von ca. 90°. Die Neutralisations- und Verseifungszahl liegt, wie bereits erwähnt, zwischen 70 bis 75 bzw. 80 bis 85.

Zur Abtrennung des unveränderten Paraffins, was für die Gewinnung der reinen Wachssäuren notwendig ist, wird OP 3 in geschmolzenem Zustand in Knetwerken mit hochkonzentrierter (über 30 %) Kalklauge oder Natronlauge behandelt, wobei ein Überschuss von 50 % angewandt werden muss. Die Knetwerke müssen heizbar sein und die Temperatur von über 100° solange beibehalten, bis das Wasser, das durch die Lauge eingebracht worden ist, und was bei der Neutralisation entsteht, restlos verdampft ist. Dann lässt man abkühlen unter gleichzeitigem Bewegen des Materials, sodass schon eine wesentliche Zerkleinerung eintritt. Nach restloser Abkühlung wird das entstandene "Seifen"-Paraffin-Gemisch in beliebiger Weise zerkleinert. Dann extrahiert man in einem der üblichen Extraktionsapparate, am besten mit einer bei 80 bis 100° siedenden

Ruhrchemie Aktiengesellschaft  
Oberhausen-Holten

003952 713

Benzinfraktion aus der Fischer-Tropsch-Ruhrchemie-Synthese, wobei das unveränderte Paraffin entfernt wird, das wieder eingesetzt werden kann. Das "Seifen"-Gemisch wird mit verdünnter Schwefelsäure angesäuert, ausgewaschen und getrocknet. Die fertige reine Wachssäure wird mit OP 32 bezeichnet.

OP 32 ist ein gelb bis braun gefärbtes ausserordentlich hartes Material mit einem Erstarrungspunkt von 80° und einem Klarschmelzpunkt von 90 bis 100°. Säure- und Verseifungszahl liegen bei 145 bis 150 bzw. bei 150 bis 155. Die Jodzahl ist praktisch 0. OP 32 kann, falls dies für gewisse Zwecke erforderlich sein sollte, noch nachträglich gebleicht werden, wobei man entweder nochmals Nitrose mit Nitrosylschwefelsäure oder besser Chromschwefelsäure verwendet. Die analytischen Daten werden bei dieser Bleichung nicht verändert.

Vlein