

TITLE PAGE

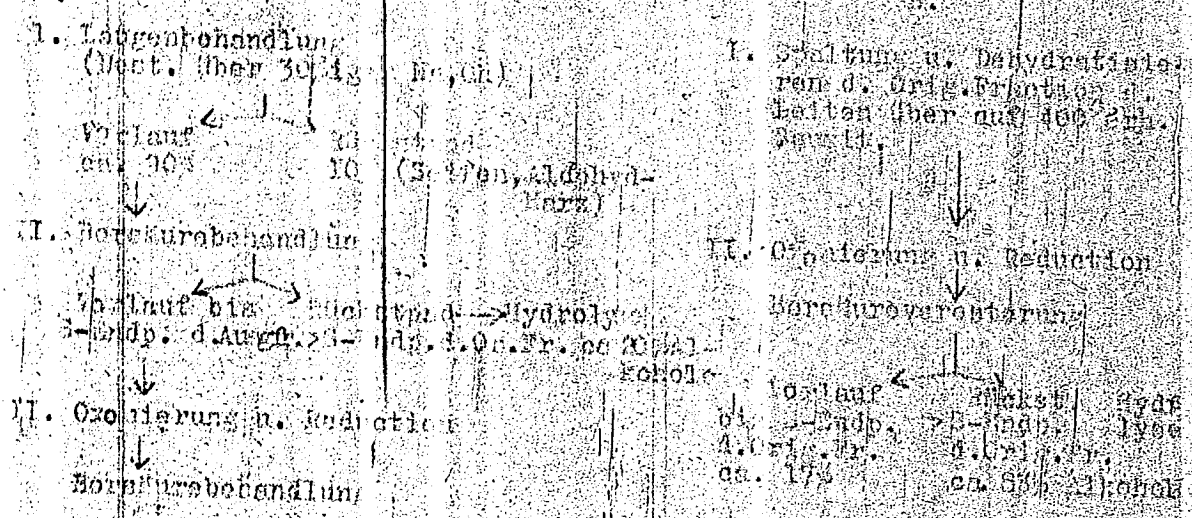
4. Die Verarbeitung von Michael Pro-
dukt auf Alkohol.
Working Michael product
for alcohol.

Frame Nos. 701 - 704

4

Die Verarbeitung von Michael-Produkt
mit Alkohol.

In einem früheren Bericht war die Vermutung ausgesprochen worden, daß das Michael-Produkt der neben Riarschaumfräse (250°C/20 at) so gut wie ausschließlich aus Olefinen, Alkoholen, Estern, Aldehyden und Ketonen, sowie freien Säuren besteht. Demzufolge wurden einige 50°-Fraktionen durch eine stufenweise Behandlung, die 1. die Abtrennung der Alkohole durch Veresterung mit Essigsäure, 2. die Veresterung der als Ester vorliegenden Komponenten sowie 3. die Ozonisierung und Reduktion der Olefine bzw. Ketone und Aldehyde und der daran anschließende wiederholte Behandlung mit Essigsäure und der Hydrolyse der Essigsäureester bestand, so 90% in Alkohol umgewandelt. Dieses Ergebnis wurde in einer weiteren Versuchsreihe bestätigt und gleichzeitig mit einer anderen 2-stufigen Behandlungsweise verglichen, derart daß die im Original vorhandene Ester- und Alkohole, die beim 3-Stufen-Verfahren durch Leuze- und Essigsäure-Behandlung abgetrennt wurden, durch Überleiten über ein 40° erhitztes Sulfat in Alkohol und Säure gespalten und weiterhin in Olefine dehydratisiert wurden; die weiteren Ozonisierung, Reduktion und Veresterung mit Essigsäure in Alkohol umgewandelt wurden.



49887

Verlauf Rückstand → Hydrolyse
 die S. Endp. ca. 60 % Alkohol
 ausgefract. /
 ca. 10%

Wie vorstehendes Schema und die dabei angegebenen, für eine Reihe von Versuchen typischen Ausbeute-Zahlen zeigen, kann man durch die Behandlungsart A. etwa 90%, durch die Bearbeitungsweise B. etwa 85% des Produktes in Alkohole überführen. Die Eigenschaften der nach Stufe II der Behandlungsmethode A. gewonnenen Alkohole sind von denen aus der III. Stufe dadurch unterschieden, daß diese beträchtliche Anteile höher siedender Alkohole, offenbar Aldol-Verbindungsprodukte mit sehr hohen Hydroxylzahlen (wegen des Gehaltes an wasserlöslichen Alkoholen), über im Siedepunkt dem ihnen zu Grunde liegenden Olefinen und carbonylhaltigen Verbindungen entsprechenden einwertigen Alkoholen enthalten, da eine Hydroxylzahl mit der Berechnung übereinstimmt, während die Alkohole aus Stufe II einseitlicher Natur sind. Die Alkohole, wie sie nach Methode B. entstehen, weisen einen hohen Siedebereich auf, ihre Hydroxylzahl stimmt mit der Berechnung überein und die Alkohole waren offenbar einseitiger Natur.

J. ...

alkoholisiertes von Michael Wittelki der Abweise 250°/20 a.H.

Versuch	Verseifung		Säure-Veresterung u. Hydrolyse				Destillation u. Red. Säure Katly. u. Hydrolyse					
	Siede- bereich	Vorbestand- lung	Verlauf 200°	Rückstand > 200°	Verlauf 200°	Rückstand > 200° (Est.)	-300°C	Reaktions- wasser v. 500g Katly.	Kt. 7524; Temp.	Brückent- nahme in CO/H. a.H.		
1052	150-200°	Schütteln in warmer 30%iger Na ₂ CO ₃ -Lösung u. Dest. darüber Kürzstü.	74,4%	25,6%				44 ccm	20%	110°	250	50
1052a			57,8%	30,8%	9,8%					180°		
1053	150-200°	Destilliert über 30%iger NaOH 13% Rück- stand	85,5%	14,5%				46 ccm	20%	110°	275	50
1053a			37,8%	45,6%	6,7%					180°		
1054	150-200°	bei 400°C Eber Saugzeit geliefert in Wasser un- gefällen			19,2%			28 ccm	20%	110°	240	150
1054a						60,6%	11,2%			180°		

Higher Alcohols and Paraffins

Yield, %	Stage I	Fraction	Amount, g	Ks. Jones	Temp.	Ode. cracked - mole %		Amount
1048		260-280	500 g	40%	1,130°C	255	100	610
1048 I			500 g		2,180°C	230	80	810
1050		240-260	500 g	20%	1,130°C	270	100	610
1050 I			500 g		2,230°C	270	100	610
1052		220-240	500 g	20%	1,130°C	275	75	500
1052 I			500 g		2,180°C	275	75	700

Kunststoffe Paraffinrückprodukt														
Temp.	Reaktion	Man-	Substanz	Verz.	Vorlauf	Rückstand	Reaktions-	Zerlegung I in				Mol-	Hydroxy-	
	temper.	zahl		stufe II			temp.	200°	250°	280°	>280°	gew.	zahl	
	240°	100	170g	Amph. Menge	-280°	>280°		30%	45%	15%	>40%			
110°C	250°	300g	170g	620g	19,1%	79,6%	35	5,6%	14,6%	2%	24%	9%	250	207 (222)
130°C	250°	130	170g	500g										357 (357)
	260°	100	130g	1350g	-260°	>260°		15%	14%	20%	>38%			
100°C	273°	100	810g	773g	6,5%	93,5%	0,00	8,4%	0,9%	2%	0%	3%	105	432 (273)
100°C		100	810g										246	227 (189)
	240°	60g	1210g		-240°	>240°		21%	27%	2%	>28%			
		79g			9,0%	91,0%	02	5,6%	49,6%	22%	11,4%	10%	21%	205 (243)
													247	189 (181)