



AUSGEBEN AM
17. OKTOBER 1931

REICHSPATENTAMT
PATENTSCHRIFT

1090

№ 535 254

KLASSE 12^o GRUPPE 10

I 33197 IVa/12^o*

Tag der Bekanntmachung über die Erteilung des Patents: 17. September 1931

L.G. Farbenindustrie Akt.-Ges. in Frankfurt a. M.*)

Verfahren zur Darstellung sauerstoffhaltiger organischer Verbindungen

Zusatz zum Patent 512718

Patentiert im Deutschen Reiche vom 14. Januar 1928 ab

Das Hauptpatent hat angefangen am 6. November 1927.

In dem Patent 512718 und in dem Patent 520154 sind Verfahren zur Darstellung wertvoller sauerstoffhaltiger Verbindungen beschrieben, die darin bestehen, daß man auf aliphatische oder hydroaromatische Kohlenwasserstoffe bei Gegenwart von wasserfreiem Aluminiumchlorid Kohlenoxyd unter Druck einwirken läßt.

Es wurde nun gefunden, daß man ebenfalls wertvolle sauerstoffhaltige Verbindungen erhält, wenn man an Stelle des wasserfreien Aluminiumchlorids andere, den Eintritt des Kohlenoxyds erleichternde Stoffe, wie wasserfreies Aluminiumbromid, Borfluorid, Chlorzink, wasserfreies Eisenchlorid, Titan-tetrachlorid, Zinntetrachlorid oder Antimonpentachlorid, verwendet.

Beispiel 1

Eine Hochdruckbombe mit Rührwerk wird mit 100 Teilen n-Pentan und 100 Teilen wasserfreiem Aluminiumbromid beschickt, durch mehrmaliges Aufpressen von Kohlenoxyd und Entspannen wird entlüftet und hierauf unter einem Kohlenoxyddruck von etwa 120 Atm. bei gewöhnlicher Temperatur gerührt. Der Druck sinkt im Laufe von 15 Stunden auf 45 Atm. Man preßt hierauf

wieder auf 120 Atm. Kohlenoxyd nach, rührt weiter und wiederholt das Aufpressen des Kohlenoxyds so oft, bis keine Druckabnahme mehr erfolgt.

Das Reaktionsprodukt besteht aus zwei Schichten. Die obere Schicht besteht aus unverändertem Pentan und wird abgetrennt. Die untere Schicht besteht aus der Aluminiumbromidverbindung des Reaktionsproduktes. Sie wird auf Eis gegossen und nach Zusatz von Salzsäure mit Wasserdampf destilliert. Das Destillat besteht aus zwei Schichten. Es wird ausgeäthert und die ätherische Schicht nach dem Trocknen fraktioniert destilliert. Ein erheblicher Teil geht zwischen 114 bis 116° als farblose intensiv riechende Flüssigkeit über. Diese Fraktion hat die Zusammensetzung $C_6H_{12}O$ und ist identisch mit Äthylisopropylketon. Die höheren Fraktionen bestehen ebenfalls aus Ketonen, die vermutlich durch Weiterkondensation dieses niederen Ketons unter dem Einfluß des Aluminiumbromids entstanden sind.

An Stelle des n-Pentans können beliebige andere aliphatische oder hydroaromatische Kohlenwasserstoffe, z. B. Butan, Hexan, Heptan, Cyclohexan, Hexahydro-toluol, Hexahydroxylole oder Gemische von aliphatischen

*) Von dem Patentsucher ist als der Erfinder angegeben worden:

Dr. Heinrich Hopff in Ludwigshafen a. Rh.

12

oder hydroaromatischen Kohlenwasserstoffen aus Erdölen, Produkten der Kohleverflüssigung, Braunkohlenteerölen u. ä. Verwendung finden. An Stelle des Aluminiumbromids können andere den Eintritt des Kohlenoxyds erleichternde Stoffe, wie Borfluorid, Chlorzink, wasserfreies Eisenchlorid, Titan-tetrachlorid, Zinn-tetrachlorid, Antimonpentachlorid, angewandt werden.

Beispiel 2

Eine Hochdruckbombe mit Rührwerk wird mit 200 Teilen Petroläther vom Siedepunkt 35 bis 60° und 70 Teilen Borfluorid beschickt und hierauf 150 Atm. Kohlenoxyd aufgepreßt. Nach Inangsetzung des Rührwerks sinkt der Druck im Laufe kurzer Zeit auf 55 Atm. Es wird noch so lange Kohlenoxyd nachgepreßt, bis keine Druckabnahme mehr eintritt. Der flüssige Bombeninhalte wird mit Eis zersetzt, das Reaktionsprodukt mit Wasserdampf abgeblasen und fraktioniert destilliert. Man gewinnt etwa 120 Teile unveränderten Petroläther und etwa 50 Teile eines von 130 bis 250° siedenden Öles, das in der Zusammensetzung mit den nach Beispiel 1 erhaltenen Produkten übereinstimmt.

Beispiel 3

200 Teile Cyclohexan werden gemäß der in Beispiel 2 gegebenen Vorschrift mit 68 Teilen Borfluorid versetzt, 150 Atm. Kohlenoxyd aufgepreßt, bis zur Druckkonstanz geführt und in der üblichen Weise aufgearbeitet. Man erhält neben etwa 100 Teilen unverändertem Cyclohexan ein gelbes Öl, das zwischen 80 bis 160°/12 mm siedet und einen Sauerstoffgehalt von etwa 9% besitzt. Das Öl gibt beim Schütteln mit Natriumbisulfatlösung einen kristallisierten Niederschlag und enthält in der Hauptsache Ketone.

PATENTANSPRUCH:

Weiterbildung des Verfahrens des Patents 512718 und des Patents 520154 zur Darstellung sauerstoffhaltiger organischer Verbindungen, dadurch gekennzeichnet, daß man an Stelle des wasserfreien Aluminiumchlorids hier andere den Eintritt des Kohlenoxyds erleichternde Stoffe, wie wasserfreies Aluminiumbromid, Borfluorid, Chlorzink, wasserfreies Eisenchlorid, Titan-tetrachlorid, Zinn-tetrachlorid oder Antimonpentachlorid, verwendet.