

I. G. FARBENINDUSTRIE AKTIENGESELLSCHAFT

Abb. Z. 7.76125 IVc/12r
Einger. 29.10.43

Frankfurt a. Main

1357 Dr. W/F.

Krefeld-Uerdingen, den 27. Oktober 1943

Hydrierverfahren.

BAG Target

3414 30/4.17

Der bei der katalytischen Oxydation des Cyclohexans in flüssiger Phase nach dem Abtrennen von unverändertem Cyclohexan, des Reaktionswassers, des Anols und des Anons und gegebenenfalls nach Entfernung der noch darin verbleibenden flüchtigen Bestandteile erhaltliche Rückstand ist als Ausgangsstoff für die Herstellung wertvoller technischer Produkte geeignet.

Der vorerwähnte Oxydationsrückstand ist je nach der Führung des Oxydationsprozesses mehr oder weniger dunkel gefärbt und verleiht infolgedessen den daraus hergestellten Produkten eine für viele technische Zwecke unerwünschte Färbung.

Es wurde nun gefunden, dass man dem erwähnten Oxydationsprodukt des Cyclohexans eine bemerkenswert helle Farbe verleihen kann, wenn man das Produkt in Gegenwart von Wasser katalytisch hydriert.

Während eine Hydrierung dieses Produktes unter hohem Druck und bei hohen Temperaturen, z.B. 230-290°, in Gegenwart von Nickelkontakten kaum eine Aufhellung des Produktes bewirkt, gelingt es in Gegenwart von Wasser auch durch leichtes Anhydrieren ohne weiteres eine beträchtliche Farbaufhellung zu erzielen.

Das aufgehellte Produkt kann z.B. mit Vorteil als Ausgangsstoff für die Herstellung von Produkten esterartiger Natur dienen; es lässt sich z.B. mit höheren Alkoholen zu wertvollen Weichmachern verestern.

Beispiel 1. 1600 g Cyclohexan, dem 1,6 g in 8 g Cyclohexanon gelöstes Cobaltnaphthenat zugesetzt worden sind, werden durch Einleiten von stündlich 500-600 Litern Luft unter 20 Atmosphären Druck bei 150-160° oxydiert. Nach Abtrennung des sich am Boden des Reaktionsgefäßes absetzenden Oxydationswassers wird das unveränderte Cyclohexan abdestilliert. Der Destillationsrückstand wird dann einer Verseifung mit Natronlauge unterworfen. Anschliessend wird Anol und Anon mit Wasserdampf abgedriven. In der wässrigen Lösung bleiben die Natriumsalze sämtlicher sauren Oxydationsprodukte zurück. Diese werden durch Zusatz von Schwefelsäure frei gesetzt. Die freien Sä-

ren scheiden sich dabei als ölige Schicht ab. Diese wird abgehoben und durch Erhitzen unter vermindertem Druck vom Wasser sowie gegebenenfalls einem mehr oder weniger grossen Anteil der in dem Öl enthaltenden niedermolekularen Säuren befreit.

200 Gewichtsteile des vorerwähnten Rückstandes von dunkler Farbe werden mit 4,5 Teilen Wasser, 0,4 Gewichtsteilen eines Nickel-Aluminium-Chrom-Katalysators mit einem Nickelgehalt von 65% im Rührwerksautoklaven unter einem Wasserstoffdruck von 100 Atmosphären bei 285° hydriert. Nach einer Wasserstoffaufnahme von 20-30 Atmosphären wird die Hydrierung abgebrochen. Das Hydrierungsprodukt, das nach dem Entleeren aus dem Autoklaven nach 24 stündigem Stehen leicht von dem Wasser und Katalysator abgehebert werden kann, stellt ein hellgelbes Öl dar.

Patentanspruch.

Hydrierverfahren, dadurch gekennzeichnet, dass man den bei der katalytischen Oxydation des Cyclohexans in der flüssigen Phase nach dem Abtrennen von unverändertem Cyclohexan, des Reaktionswassers, des Anols und des Anons verbleibenden Rückstand gegebenenfalls nach Entfernung der darin noch enthaltenen flüchtigen Bestandteile in Gegenwart von Wasser katalytisch hydriert.