

123 510
Oberh.-Holtten, den 23. April 1940
Abtlg. PL. Roo/Hdm.-

Ergänzung der Arbeitsvorschrift
für die Durchführung der Aldehyd-Synthese an
aufgeschlämmten Katalysator. 10800

(Mitteilung aus dem Forschungslaboratorium der Ruhrchemie
A.-G., Oberh.-Holtten; erste Mitteilung vom 21. Febr. 1940)

A) Durchführung in Steigrohröfen.

Wir haben gefunden, dass man die Synthese von Aldehyden und Alkoholen besonders zweckmässig derart ausführen kann, dass man die Aufschlämmung von Olefin und Katalysator in senkrecht stehende, druckfeste Rohr einfüllt und dann vom Boden den Druckgefässes her Wassergas bezw. Wasserstoff einpresst. Hierbei kann das eingepresste Gas durch Düsen fein verteilt und zur Erhöhung der Rührwirkung im Kreislauf zurückgeführt werden.

Wurde auf diese Weise mit einer Schichthöhe von rund 5 m gearbeitet, so erwies sich diese Arbeitsweise der Durchführung in Rührautoklaven wesentlich überlegen. Dies zeigte sich insbesondere in einer erheblichen Herabsetzung des Katalysatorbedarfes und der Reaktionszeit.

Nach dem heutigen Stand beträgt die zweckmässig angewendete Katalysatormenge, z.B. für die Herstellung von Fettsäurelen C_{10} bis C_{20} , sowie bei Verwendung des für die Kohlenoxyd-Hydrierung verwendeten üblichen Kobalt-Thorium-Magnesium-Kieselgur-Katalysators, je kg eingesetztes Olefin rund 10 g Kobalt oder 30 bis 40 g = rund 100 ccm Katalysatormasse. Presst man durch die Aufschlämmung bei Temperaturen von 110 bis 130° Wassergas mit einer Geschwindigkeit von 100 bis 400 ml/cm² und Stunde bei Drücken von 80 bis 200 atü, so ist die Wassergasaufnahme in weniger als einer Stunde beendet und bedarf im günstigsten Falle nur 15 Minuten.

611
10611

Gleichzeitig wird durch die Abkürzung der Reaktionsdauer sowie durch die Verbesserung der übrigen physikalischen Bedingungen die Ausbeute an primären Produkten erhöht, so dass wir beispielsweise Ausbeuten von 95 bis 98 % an Alkoholen, bezogen auf die eingesetzten Olefine, erhielten.

Werden derartige Steigrohröfen mittels Druckwasserumtät auf der gewünschten Temperatur gehalten, so erzielt man nicht nur eine befriedigende Beherrschung der Reaktionswärme, sondern kann auch mit ein und demselben Apparat sehr schnell Chargenwechsel vornehmen, da man in der Lage ist, die Ausgangsstoffe in die heissen immer auf gleiche Temperatur gehaltenen Öfen einzufüllen, was sich als zeitsparend erwiesen hat. Ausserdem wird die Ausbeute verbessert, da schädliche Nebenreaktionen, welche während des langsamen Aufheizens, z.B. in dickwandigen Rührautoklaven, bei Temperaturen unterhalb der optimalen Reaktionstemperatur eintreten pflegen, unterbleiben. Naturgemäss kann auch das Reaktionsprodukt aus dem heissen Rohr in der Hitze entnommen werden und anschliessend z.B. sogleich in Druckfiltern filtriert werden.

Für die Herstellung von Alkoholen empfiehlt sich das Arbeiten mit einem Rohrpaar, von welchem das erste Rohr bei der Temperatur der Aldehyd-Synthese und das zweite Rohr bei der höherliegenden Temperatur der Alkohol-Hydrierung gehalten wird. Die Olefin-Katalysator-Aufschlammung wird in das Aldehydrohr eingesetzt, nach der Wassergas-Anlagerung in das heisse Alkoholrohr übergeführt und daraus als fertiges Rohalkohol-Katalysator-Gemisch entnommen.

B) Herstellung von Aldehyden und Alkoholen.

Entgegen der in der ersten Mitteilung vom 21.2. gemachten Angabe lassen sich auch die niederen Aldehyde sehr wohl durch Säurewäsche von Metallen und anderen Produkten befreien, ohne verändert zu werden.

gg. Ruolen
~~Aus technischem Oktadeoilen, hergestellt aus Sojabl, wurde eine Fraktion herausgeschnitten, welche das C₁₈ Olefin ange-~~

612
Oberh.-Holten, den 13. April 1924
Abtlg. Ch. Technik.

Ergänzung der Arbeitsvorschrift
für die Durchführung der Aldehyd-Synthese
aufgeschlämten Katalysator.

(Mitteilung) aus dem Forschungslaboratorium der Ruhrchemie
A.-G., Oberh.-Holten; erste Mitteilung von Dr. Str. 1924

A) Durchführung in Steigrohren.

Wir haben gefunden, dass man die Synthese von Aldehyden
und Alkoholen besonders zweckmässig damit ausführen kann, wenn
man die Aufschlämmung von Olefin und Katalysator in verdichtetem
stehende, druckfeste Röhre einfüllt und dann von einem Druck-
gefässes her Wassergas bzw. Wasserstoff einpresst. Durch das
eingepresste Gas durchlässt man ein feines Rohr, durch welches
das eingepresste Gas durch Wasser fein verteilt und auf diese Weise
der Rührwirkung im Kreislauf durchgeföhrt werden.

Wurde auf diese Weise mit einer Zeitschönheit von 10 bis 15 Minuten
gearbeitet, so erwies sich diese Art in weisserer Durchföhren
in Röhrautoklaven wesentlich zu liegen. Dies ergibt sich insbe-
sondere in einer erheblichen Herabsetzung der Katalysatorver-
brauches und der Reaktionszeit.

Nach dem heutigen Stand betrug die durchschnittlich angewen-
dete Katalysatormenge, z. B. für die Herstellung von Fettsäuren-
len C_{10} bis C_{20} , sowie bei Verwendung des für die Chlorhydrat-
Hydrierung verwendeten üblichen Kobalt-thermale Katalysator-
Katalysators, je kg eingesetztes Olefin rund 10 g Katalysator
oder 30 bis 40 g = rund 100 cem Katalysatormasse. Durch die
durch die Aufschlämmung bei Temperaturen von 110 bis 130°C
Wassergas mit einer Geschwindigkeit von 100 bis 400 cm pro
Stunde bei Drücken von 80 bis 200 atü, so ist die Katalysatorauf-
nahme in weniger als einer Stunde beendet und liefert im günstig-
sten Falle nur 15 Minuten.

201113
617

Gleichzeitig wird durch die Abkürzung der Reaktionsdauer sowie durch die Verbesserung der übrigen physikalischen Bedingungen die Ausbeute an primären Produkten erhöht, so dass für beispielsweise Ausbeuten von 95 bis 98% an Alkoholen, die man auf die eingesetzten Olefine, erhielt.

Werden derartige Steigrohröfen mit Isopropanol beheizt auf der gewünschten Temperatur gehalten, so erzielt man nicht nur eine befriedigende Beherrschung der Reaktionswärme, sondern kann auch mit ein und demselben Apparat sehr schnell Ausrüstungswechsel vornehmen, da man in der Lage ist, die Ausbeute für in die heißen immer auf gleiche Temperatur gehaltenen Öfen einzufüllen, was sich als zeitsparend erwiesen hat. Ausserdem wird die Ausbeute verbessert, da schädliche Nebenreaktionen, welche während des langsamen Aufheizens, z.B. in Hochdruckautoklaven, bei Temperaturen unterhalb der optimalen Reaktions-temperatur einzutreten pflegen, unterbleiben. Naturgemäss kann auch das Reaktionsprodukt aus dem heissen Rohr in der Mitte entnommen werden und anschliessend, z.B. so leicht in Vakuum, filtriert werden.

Für die Herstellung von Alkoholen empfiehlt sich das Arbeiten mit einem Rohrpaar, von welchen das erste Rohr bei der Temperatur der Aldehyd-Synthese und das zweite Rohr bei der höherliegenden Temperatur der Alkohol-Hydrierung gehalten wird. Die Olefin-Katalysator-Aufschlammung wird in das Aldehydrohr eingesetzt, nach der Wassergas-Anlagerung in das zweite Rohrrohr übergeführt und daraus als fertiges Alkohol-Katalysator-Gemisch entnommen.

B) Herstellung von Aldehyden und Alkoholen.

Entgegen der in der ersten Mitteilung von H. L. angegebenen Angabe lassen sich auch die niederen Aldehyde sehr wohl durch Säurewäsche von Metallen und anderen Produkten befreien, ohne verändert zu werden.

7/2 Proden
~~aus technischem Oktadecylen, hergestellt aus Octal, wurde eine Fraktion herausgeschnitten, welche im 2.10. 1930~~