

101198

Herrn Dr. H a m p e l .

236

1257

Betr.: Beispiel Oxo-Synthese mit Ölsäureäthylester.

Nachstehend erhalten Sie das gewünschte Ausführungsbeispiel einer Oxo-Synthese mit sauerstoffhaltigen Verbindungen und zwar mit Ölsäureäthylester.

Als Ausgangsmaterial für die Synthese dient Ölsäureäthylester, der in der üblichen Weise aus künstlicher Ölsäure gewonnen wurde.

NZ	=	3
VZ	=	180
JZ	=	81,8
d ₂₀	=	0,876
Mol.Gew.		309

1000 ccm (876 g) werden in 500 ccm eines zwischen 75 und 100° siedenden Hydrierbenzins gelöst und nach Zusatz von Kobaltkontakt aus 30 g Kobalt in einem Autoklaven bei 135° und 150 atü mit Wassergas zur Reaktion gebracht. Dabei werden etwa 110 Normalliter Wassergas verbraucht. Im Anschluss erfolgt die Hydrierung des Reaktionsproduktes unter Verwendung des gleichen Kontaktes mit Wassergas bei 185° und 150 atü. Nach Filtration und Abtreiben des Benzins erhält man 840 g rohen Oxymethyl-Stearinsäureäthylester. Das Rohprodukt ergab folgende Analysendaten:

NZ	=	0	ber.	0
VZ	=	158	"	162,5
OH.Z.	=	161	"	162,5
Mol.Gew.		348	"	345,3
d ₂₀	=	0,896		

Bei dem Versuch, das Produkt zu destillieren, gingen bis 230° bei 5 mm nur geringe Mengen eines Produktes über, das fast die obigen Analysenwerte zeigte und wesentlich aus Oxymethyl-Stearinsäureester bestanden haben dürfte.

Zwecks Darstellung der freien Säure wurden 640 g Ester mit 116 g KOH in Alkohol gelöst und durch vierstündiges Kochen am Rückflusskühler verseift. Die erhaltenen Seifen werden mit Salzsäure zersetzt, die freie Säure in wenig Äther aufgenommen und nach dem Waschen und Trocknen der Äther abgedampft. Erhalten wurden 615 g Oxymethyl-Stearinsäure mit nachstehenden Analysenzahlen:

NZ =	145,	ber.	178,5	VZ =	153	ber.	178,5
OH.Z	173	"	178,5	Mol.Gew.	311	"	314
d ₂₀	0,932			n _D ⁴⁰	1,4548		

Stockpunkt 27°.

Durchschrift