

094481

Diskontinuierliche Herstellung von Propylaldehyd  
(Stand Mai 1943).

- A. Synthese: die Suspension von 30 kg Toluol und 5 l Mischkontakt werden mittels einer Pumpe in den 90 l fassenden Steigrohrföfen eingefüllt. Nach dem Aufdrücken von Wassergas bis 100 atü wird der Reaktionsraum durch Beheizung des Innenrohres auf 115° gebracht. Unter Einhaltung dieser Temperatur und eines Druckes von 150 atü wird sodann durch die Suspension ein Äthylen-Wassergasgemisch geleitet, welches durch Mischen der beiden Gase im Verhältnis 1:2,5 in der Saugleitung vor dem Kompressor hergestellt wird. Stündlich gehen durch die Suspension etwa 18 m<sup>3</sup> Reaktionsgas, während etwa 4 - 5 m<sup>3</sup> praktisch äthylenfreies Endgas den Ofen verlassen. Bei richtiger Fahrweise bleibt der Umsatz während 165 Minuten nahezu der gleiche. Nach Ablauf dieser Zeit ist der Ofen soweit gefüllt, dass die Reaktion unterbrochen werden muss. Nach dem Abkühlen des Ofens auf Raumtemperatur wird das Produkt in einen etwa 80 l fassenden Behälter gedrückt und das dabei entweichende Äthylenhaltige Gas in einem Gasometer aufgefangen. Die Operationen von Einfüllen über die eigentliche Synthese bis zur Entleeren des Ofens nehmen etwa acht Stunden in Anspruch.
- B. Filtration des Kontaktes: in Sammelbehälter setzt sich der Kontakt in unteren Teil innerhalb von zwölf Stunden soweit ab, dass etwa 80% des Ofenproduktes über eine Filterkerse in die Destillierblase gepumpt werden können. Der Kontakt mit dem restlichen 20% des Produktes werden mittels einer Zahnradpumpe auf das Filter befördert und bei geringem Drücken (2 - 3 atü) voneinander getrennt. Auf dem vorhandenen Filter können zwei Einsätze (10 l Kontakt) filtriert werden. Nachdem der Kontakt dreimal mit je 5 l Toluol gewaschen ist, wird er in Filter durch elektrische Außenbeheizung getrocknet. Das Filtrat, die Waschflüssigkeit und das beim Trocknen entstehende Destillat werden in die Destillationsblase gepumpt.
- C. Wasserstoffbehandlung des Kontaktes: der trockene Kontakt wird in Filter, nachdem er durch den eingebauten Rührer aufgelockert worden ist, während 90 Minuten mit 250 - 270° heissen Wasserstoff behandelt. Der Gasdurchsatz beträgt 6 m<sup>3</sup>/h. Das Gas wird durch einen Kompressor im Kreise geführt. Nach der H<sub>2</sub>-Behandlung wird das Filter kaltgefahren. Das Ausbringen des Kontaktes geschieht durch Ausschlämmen mit Toluol im Kreislauf. Der Kontakt kann nach Zugabe des in Lösung gegangenen Co wieder in die Synthese eingesetzt werden.
- D. Destillation: das Ofenprodukt und die Waschflüssigkeiten werden in einer 8 m hohen Kolonne destilliert. Zunächst geht die reine Aldehydfraktion bei 48° über. Diese färbt sich nach einigen Wochen durch Ausscheidung von Eisenhydroxyd (entstanden durch Destillation des im Ofenprodukt gelösten Fe-Karbonyl). Es folgt dann eine Zwischenfraktion 50 - 70°, welche bei der nächsten Destillation nochmals eingesetzt wird, da sie viel

Durchschnitt

301182

0, -al enthält. Nach einer weiteren Zwischenfraktion 70 - 110°, als ein Gemisch von Toluol, Propylalkohol und Diäthyläther dargestellt, geht fast reines Toluol über (Kp: 110 - 112°). Die Fraktionen 70 - 110°, das Toluol und auch der Destillationsrückstand können als Hilfsflüssigkeit für die weiteren Einsätze benutzt werden.

- D. Katalysator bei Verwendung reinen Toluols als Hilfsflüssigkeit geben nur geringe Co-Mengen aus dem Kontakt in Lösung (etwa 5% d. eingesetzten Co). Werden aber Destillationsrückstände oder sauerstoffhaltige Destillate als Hilfsflüssigkeit benutzt, so werden bis zu 50% des Co aus dem Kontakt herausgelöst. Bei der Destillation fällt dieses Kobalt als Schlamm in der Blase aus. Im Destillationsrückstand verbleiben nur Mengen in der Größenordnung von etwa 0,5 - 1 g Co/l. Es ist deshalb notwendig, den Schlamm in der Blase aufzurühren, zu filtrieren und, wie unter (C) beschrieben, einer H<sub>2</sub>-Behandlung zu unterziehen, um das Kobalt wieder als Kontakt einsetzen zu können.

gez. Lanke.