

64191

DEUTSCHES REICH



AUSGEGEBEN AM
17. NOVEMBER 1932

REICHSPATENTAMT
PATENTSCHRIFT

494

Nr 564 208
KLASSE 120 GRUPPE 5

I 39569 IVa/120³

Tag der Bekanntmachung über die Erteilung des Patents: 3. November 1932

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

Verfahren zur Herstellung von Alkoholen

Patentiert im Deutschen Reiche vom 16. Oktober 1929 ab

Bei der Oxydation flüssiger oder fester Kohlenwasserstoffe wird im allgemeinen als Oxydationsprodukt ein Gemisch von verschiedenen sauerstoffhaltigen Produkten, wie Säuren, Estern usw., erhalten, das meistens auch noch unangegriffenes Ausgangsmaterial enthält.

Es wurde nun gefunden, daß man aus dem in bekannter Weise durch Oxydation von flüssigen oder festen Kohlenwasserstoffen, z. B. mit oxydierenden Gasen u. dgl. in flüssigem Zustand mit oder ohne Anwendung von Katalysatoren, erhaltenen Gemisch leicht in in überwiegendem Maße aus höheren Alkoholen bestehendes Produkt gewinnt, wenn man das Oxydationsgemisch oder daraus abgetrennte, reduzierbare Anteile, die selbst wieder Gemische darstellen, einer Druckhydrierung in der flüssigen Phase unterwirft. Die Hydrierung wird mit molekularem Wasserstoff bei erhöhter Temperatur, z. B. bei 200°, und in Anwesenheit eines geeigneten Katalysators, z. B. metallischen, fein verteilten Nickels, durchgeführt. Die Wasserstoffaufnahme ist in kurzer Zeit beendet. Die Abtrennung der gebildeten Alkohole von dem nicht angegriffenen Ausgangsmaterial und den evtl. vorhandenen Säuren kann in bekannter Weise auf physikalischem oder chemischem Wege, z. B. durch Anwendung von Lösungsmitteln, durch Destillation oder Veresterung erfolgen.

Je nach Art des zur Oxydation angewandten

Ausgangsmaterials, wie Erdölfractionen, z. B. Mittelöle, Hart- oder Weichparaffin usw., werden mehr oder weniger hochschmelzende Alkohole erhalten. Bei der Verwendung von Hartparaffin als Ausgangskohlenwasserstoff erhält man z. B. ein Produkt, dessen Erstarrungspunkt über 30° liegt.

Beispiel 1

700 Gewichtsteile der aus einem Oxydationsprodukt von Hartparaffin abgetrennten unverseifbaren sauerstoffhaltigen Bestandteile werden in einem Rührautoklaven bei 200° und einem Druck von 30 Atm. in Gegenwart von fein verteiltem, metallischem Nickel einige Stunden mit Wasserstoff behandelt, wobei etwa 5 Gewichtsteile Wasserstoff aufgenommen werden. Hierauf wird von dem Nickelkatalysator abfiltriert. Man erhält ein aus höheren Wachsen bestehendes Gemisch von rein weißer Farbe, das sich in bekannter Weise, z. B. durch Wasserdampfdestillation, weiterreinigen läßt, hydrophile Eigenschaften zeigt und sich ausgezeichnet zur Herstellung von Salben, Estern, Sulfierungsprodukten zu Netz- und Waschmitteln usw. eignet. Die Hydroxylzahl dieses Alkoholgemisches beträgt etwa 120 bis 130.

Beispiel 2

1000 Gewichtsteile eines Oxydationsproduktes von Hartparaffin werden fünf Stunden lang

*) Von dem Patentsucher sind als die Erfinder angegeben worden:

Dr. Wilhelm Dietrich in Ludwigshafen a. Rh. und Dr. Martin Luther in Mannheim.

29019

bei 250° und 50 Atm. Druck in Gegenwart von 10 Gewichtsteilen eines Kobaltkatalysators, der durch 36stündiges Reduzieren von fein gepulvertem Kobaltcarbonat bei 350° erhalten wurde, mit Wasserstoff behandelt. Nach dem Abfiltrieren des Katalysators wird zur Entfernung evtl. vorhandener geringer Mengen Kobalt mit verdünnter Schwefelsäure gewaschen. Aus dem Reaktionsprodukt wird nach dem Abtrennen der verseifbaren Anteile in einer Ausbeute von etwa 65% ein vorwiegend aus höheren Wachsalkoholen bestehendes Alkoholgemisch erhalten, das sich ausgezeichnet zur Herstellung von Salben, Estern, Sulfierungsprodukten, Netz-, Wasch- und Emulgiermitteln usw. eignet.

Beispiel 3

1000 Gewichtsteile eines Produktes, das durch Oxydation von Paraffinöl mit Luft in Gegenwart von 1% Mangannaphthenat bei 160° erhalten wurde und das etwa 35% freie Säuren enthält, werden mit 5 Gewichtsteilen Nickel in Form eines 25%igen Nickelkieselgurkatalysators bei 180° und 50 Atm. Druck vier Stunden lang mit Wasserstoff unter Rühren behandelt. Nach dem Abfiltrieren des Katalysators wird zur Entfernung geringer Nickelmengen mit verdünnter Schwefelsäure gewaschen. Aus dem Reaktionsprodukt wird nach dem Abtrennen der verseifbaren Produkte in einer

Ausbeute von etwa 30% ein Gemisch von hochmolekularen flüssigen Alkoholen erhalten, die eine Hydroxylzahl von 160 besitzen.

Beispiel 4

1000 Gewichtsteile eines aus Weichparaffin gewonnenen Oxydationsproduktes, aus dem zuvor mittels Sodälösung die freien Säuren entfernt wurden, werden nach Zusatz von 5 Gewichtsteilen Nickel in Form eines Nickelkieselgurkatalysators vier Stunden lang bei 200° und 60 Atm. Druck mit Wasserstoff unter Rühren behandelt. Hierauf wird vom Nickelkatalysator abfiltriert. Nach dem Abtrennen der verseifbaren Produkte wird ein Gemisch von halbfesten, hochmolekularen Alkoholen erhalten, die eine Hydroxylzahl von 140 besitzen.

PATENTANSPRUCH:

Verfahren zur Herstellung von Alkoholen aus festen oder flüssigen aliphatischen oder naphthenischen Kohlenwasserstoffen oder deren Gemischen unter Anwendung der an sich bekannten Oxydation dieser Kohlenwasserstoffe in flüssiger Phase, dadurch gekennzeichnet, daß man die bei der Oxydation erhaltenen Gemische oder daraus abgetrennte reduzierbare Anteile, die selbst wieder Gemische darstellen, einer katalytischen Druckhydrierung unterwirft.