

3450-30/5.01-6

RÜHRCHAMMEL-ALTI-NGESSELLSCHAFT

Oberhausen-Holteln, 28. April 1944

Pat. Abt. Bu/Ham/Kx  
R 713

Verfahren zur Gewinnung höhermolekularer Verbindungen aus niedriger molekularen Olefinen.

Man hat bereits vorgeschlagen, die bei der katalytischen Wassergasanlagerung an Olefine entstehenden höhermolekularen Verbindungen mittels Alkalischmelze in einfach molekulare carbonsaure Salze zu verwandeln. *R 703*

Es wurde nun gefunden, daß man bei der Alkalischmelze zum Zwecke der Veranilung der Aldehyde in die entsprechenden carbonsauren Salze die wertvolleren höhermolekularen Verbindungen als solche gewinnen kann, wenn man die Alkalimenge <sup>nur</sup> entsprechend der Carbonylzahl der Rohaldehyde in Anwendung bringt. Von den gewonnenen carbonsauren Salzen können die höhermolekularen Verbindungen durch Extraktion abgetrennt werden. Man kann aber auch die Carbonsäuren z.B. durch Mineralsäuren in Freiheit setzen und durch Destillation abtrennen.

Der technische Vorteil der erfindungsgemäßen Arbeitsweise besteht darin, daß die wertvollen höhermolekularen Verbindungen nicht aufgespalten, sondern als solche gewonnen werden können.

#### Ausführungsbeispiel

Von einem synthetischen Rohaldehyd  $C_6$ , der durch katalytische Wassergasanlagerung an eine Spaltbenzinfraction in der ~~Siedelage 30-45°C mit einer CO-Zahl (mg 20/1-g-inwaage) von~~ 195 erhalten war, wurden 2 kg mit 575 g Natriumhydroxyd in Plätzchenform mit einem Gehalt von 97,5 % NaOH in einem 4 l-Autoklaven bei einem Stickstoffdruck von 5 atü unter Rühren während drei Stunden bis auf 320°C erhitzt. Hierbei trat eine starke Drucksteigerung ein. Der über 150 atü liegende Wasserstoffdruck wurde laufend abgeblasen.

Nach drei Stunden wurde die Apparatur entspannt und abgekühlt. Man erhielt 2400 g rohes kristallisiertes Produkt, aus dem durch Behandeln mit 10 %iger Schwefelsäure 1900 g rohe Carbonsäure erhalten wurde.

Bei der Destillation wurden erhalten:

Vorlauf . . . . .	bis 196°C = 8,4 Gew.%
Hauptfraktion, Säuren C <sub>6</sub> . . . . .	bis 206°C = 42,7 "
Zwischenlauf, C <sub>6</sub> und C <sub>7</sub> Säuren . . . . .	206 bis 212° = 10,5 "
Nachlauf, Säuren C <sub>7</sub> . . . . .	212 bis 220° = 6,2 "
höhermolekularer Destillationsrückstand . . . . .	über 220° = 31,0 "
Verlust . . . . .	= 1,2 "

Der Destillationsrückstand, eine viskose, dickfließende ölige Flüssigkeit, zeigte folgende Kenndaten:

Dichte . . . . .	$D_{20}^D = 0,908$
Brechungsindex . . . . .	$n_D^{20} = 1,4620$
Schwefelphosphorsäure-lösliches	= 100 %
Neutralisationszahl NZ . . . . .	= 108
Verseifungszahl VZ . . . . .	= 109
Hydroxylzahl OHZ . . . . .	= 11
Carbonylzahl COZ . . . . .	= 1
Jodzahl JZ . . . . .	= 27
Kol.Gew. . . . .	= 364

Bei der Alkalischnmelze mit der für die CO-Zahl berechneten Alkalimenge sind die hochmolekularen Verbindungen also nicht aufgespalten worden, sondern in wertvolle Produkt übergeführt worden.

#### Patentanspruch

Vorfahren zur Gewinnung höhermolekularer Verbindungen aus niedriger molekularer Olefinen durch katalytische Anlage-  
rung von Wassergas und nachfolgende Alkalischnmelze, da-  
durch gekennzeichnet, daß die Alkalischnmelze  
mit der für die Carbonylzahl berechneten Alkalimenge erfolgt.

RUHRCHAMIE AKTIENGESELLSCHAFT