

# I. G. FARBENINDUSTRIE AKTIENGESELLSCHAFT

Frankfurt a. Main

1326/Dr. W/Ke

Akt. Z. 7.74245 IIc/12  
Einges. = 1.2.43

BAG Target  
Krefeld-Uerdingen, den 30.1.1943

3414 30/4.17

## Verfahren zur Oxydation gesättigter cyclischer Kohlenwasserstoffe.

Bei der Oxydation gesättigter cyclischer Kohlenwasserstoffe mit Hilfe von Sauerstoff oder Sauerstoff enthaltenden Gasen in flüssiger Phase bei erhöhter Temperatur erhält man neben Alkoholen und Ketonen Oxydationsprodukte saurer Natur, namentlich Dicarbonsäuren. So entsteht z.B. bei der Oxydation von Cyclohexan unter den vorerwähnten Bedingungen neben Cyclohexanol und Cyclohexanon als saures Oxydationsprodukt insbesondere Adipinsäure.

Es wurde nun gefunden, dass man bei der Oxydation gesättigter cyclischer Kohlenwasserstoffe nach dem vorerwähnten Verfahren überraschenderweise die Bildung von Alkoholen und Ketonen fördern kann, indem man dem zu oxydierenden Kohlenwasserstoff die bei dessen Oxydation anfallenden Oxydationsprodukte saurer Natur zusetzt. So wird z.B. bei der Oxydation von Cyclohexan mit Hilfe von Sauerstoff in flüssiger Phase die Menge des anfallenden Cyclohexanols und Cyclohexanons durch Zusatz der bei diesen Verfahren anfallenden sauren Oxydationsprodukte bedeutend erhöht.

Unter den nach dem vorliegenden Verfahren mit Vorteil zu oxydierenden gesättigten cyclischen Kohlenwasserstoffen seien ausser Cyclohexan z.B. noch Cyclopentan, Methylcyclohexan, Dimethylcyclohexan, Äthylcyclohexan und Dekahydronaphthalin genannt.

Das Verfahren kann sowohl ohne Zusatz von Katalysatoren nach dem Verfahren des Patentes ... (Patentanmeldung I. 69 421 IVc/12 o) als auch in an sich bekannter Weise unter Zusatz von Katalysatoren, wie z.B. Schwermetallkatalysatoren, Peroxyden, Cellulosenitratn usw. vorgenommen werden.

Beispiel 1. Durch eine Mischung von 100 Gewichtsteilen Cyclohexan, 7 Gewichtsteilen der bei der Luftoxydation von Cyclohexan anfallenden sauren Oxydationsprodukte und 0,05 Gewichtsteil Cobaltnaphthenat wird bei 155° unter einem Druck von 45 Atm. eine Stunde lang ein lebhafter Luftstrom geblasen. Die Aufarbeitung des rohen Oxydationsgemisches wird durch Abdestillieren des unveränderten Cyclohexans und Verseifung des Rückstandes vorgenommen. Man erhält 6,6 Gewichtsteile neu gebildetes Oxydationsprodukt, das zu 5,3 Gewichtsteilen, d.h. 81% aus Cyclo-

hexanol und Cyclohexanon, und zu 1,3 Gewichtsteilen aus sauren Oxydationsprodukten besteht. Bei der Oxydation ohne Zusatz saurer Oxydationsprodukte beträgt die Ausbeute an Alkohol-Keton-Gemisch hingegen nur 60%.

Beispiel 2. Durch eine Mischung aus 100 Gewichtsteilen Cyclohexan und 7 Gewichtsteilen des bei der Luftoxydation von Cyclohexan mit Sauerstoff in flüssiger Phase anfallenden sauren Oxydationsproduktes wird bei  $170^{\circ}$  und einem Druck von 10 Atm. ein lebhafter Luftstrom geblasen. Die Aufarbeitung des rohen Oxydationsgemisches wird in der in Beispiel 1 beschriebenen Weise vorgenommen. Man erhält 3,8 Gewichtsteile neu gebildetes Oxydationsprodukt, das zu 3,3 Gewichtsteilen, d.h. 84% aus Cyclohexanol und Cyclohexanon und zu 0,5 Gewichtsteil aus saurem Oxydationsprodukt besteht, während bei der Oxydation ohne Zusatz der sauren Oxydationsprodukte nur 65% Alkohol-Keton-Gemisch anfallen.

Beispiel 3. Eine Mischung von 100 Gewichtsteilen Cyclohexan und 5 Gewichtsteilen des bei der <sup>Luft-</sup>Oxydation von Cyclohexan mit Sauerstoff in flüssiger Phase anfallenden sauren Oxydationsproduktes wird bei  $170^{\circ}$  und einem Druck von 20 Atm. unter lebhaftem Durchleiten von Luft durch ein Rohr gepumpt. Bei der Aufarbeitung in der in Beispiel 1 beschriebenen Weise erhält man 18 Gewichtsteile neu gebildetes Oxydationsprodukt, das zu 14 Gewichtsteilen, d.h. 78% aus Cyclohexanol und Cyclohexanon und zu 4 Gewichtsteilen, d.h. 22% aus sauren Oxydationsprodukten besteht, während die kontinuierliche Oxydation ohne Zusatz von sauren Oxydationsprodukten nur 50% Alkohol-Keton-Gemisch liefert.

Patentanspruch. Verfahren zur Oxydation von gesättigten cyclischen Kohlenwasserstoffen mit Sauerstoff oder Sauerstoff enthaltenden Gasen in flüssiger Phase bei erhöhter Temperatur, dadurch gekennzeichnet, dass die Oxydation unter Zusatz der dabei anfallenden sauren Oxydationsprodukte durchgeführt wird.