

II. Butadien aus Butylenglykol in flüssiger Phase.

In unseren früheren Arbeiten hatten wir uns bemüht, die Frage der Wärmezufuhr für diese endotherme Reaktion in der Weise zu lösen, dass auf Heizrohre der Kontakt aufgetragen wurde. Das Verfahren arbeitete im kleinen Maßstab durchaus befriedigend, insbesondere wenn man nur einen Teil des Butylenglykols umsetzte und den Rest im Kreislauf führte. Bei dem Versuch, dieses Verfahren ins Grössere zu übertragen, stießen wir jedoch auf ausserordentliche Schwierigkeiten, insbesondere hinsichtlich der mechanischen Haltbarkeit des Kontaktes auf den Heizrohren. Vor längerer Zeit nahm Herr Dr. Krekeler die Arbeiten wieder auf und suchte die Frage der Wärmezufuhr dadurch zu lösen, dass er die Reaktion in flüssiger Phase vornahm. An diesen Weg war früher schon oft gedacht worden, sodass es eigentlich überraschend war, als sich zeigte, dass man nach dieser verhältnismässig einfachen Methode doch recht gute Ausbeuten an Butadien erhalten kann. Das Butylenglykol wird in Gegenwart einer Sulfosäure auf etwa 130° C erhitzt. Die entstehenden Reaktionsprodukte destillieren ab. Von den bei Raumtemperatur kondensierenden Produkten, die sich in 2 Phasen scheiden, wird die untere, wässrige Schicht abgetrennt. Die obere Schicht, welche neben etwas Wasser die Zwischenprodukte der Wasserabspaltung enthält, wird in den Reaktionsraum zurückgeführt. Nachher Butylenglykol wird nach Maßgabe der abdestillierenden Mengen zugesetzt, sodass der Flüssigkeitsstand im Reaktionsraum stets die gleiche Höhe hat.

Die Ausbeute an Butadien beträgt 78 gew.-%. Das Butadien ist 98 - 99 %ig.