

DEUTSCHES REICH



AUSGEGEBEN AM  
23. SEPTEMBER 1942

REICHSPATENTAMT  
PATENTSCHRIFT

№ 725 485

KLASSE 12<sup>o</sup> GRUPPE II

I 56782 IVd/120

1844

\* Dr.-Ing. Emil Keunecke in Ludwigshafen-Oppau \*

ist als Erfinder genannt worden.

I. G. Farbenindustrie AG. in Frankfurt, Main  
Verfahren zur Herstellung von Oxydationsprodukten  
aus höhermolekularen Paraffinkohlenwasserstoffen

Patentiert im Deutschen Reich vom 3. Januar 1937 an  
Patenterteilung bekanntgemacht am 6. August 1942

Es ist schon vorgeschlagen worden, Oxydationserzeugnisse aus höhermolekularen Paraffinkohlenwasserstoffen herzustellen, indem man die zu oxydierenden Paraffinkohlenwasserstoffe oder einen Teil davon vor der Oxydation nach Zusatz von katalytischen Mengen an Mangan-Alkali-Verbindungen, die das Mangan im Anion und das Alkali als Kation enthalten, einige Zeit lang auf Temperaturen zwischen etwa 100 und 200° erhitzt und alsdann die Oxydation bei Temperaturen von etwa 50 bis 120° in Gegenwart der genannten Katalysatoren vornimmt.

Es wurde nun gefunden, daß man die Oxydation von höhermolekularen Paraffinkohlenwasserstoffen statt in der erwähnten Weise sehr vorteilhaft ausführen kann, wenn man den zu oxydierenden Paraffinkohlenwasserstoffen Mangan-Alkali-Verbindungen der genannten Art in gelöster Form zusetzt. Als Lösungsmittel kommen Wasser oder geeignete organische Lösungsmittel, z. B. Aceton, Me-

thyl- oder Arylalkohol, Methyläthylketon, Acetonitril und Pyridin, oder Mischungen aus Wasser und wasserlöslichen organischen Lösungsmitteln in Betracht. Beispielsweise löst man die Mangan-Alkali-Verbindung, wie Kaliumpermanganat, in der 5- bis 10fachen Menge Wasser oder in der 5- bis 20fachen Menge eines der genannten organischen Lösungsmittel und gibt diese Lösung zu den zu oxydierenden Paraffinkohlenwasserstoffen. Nach gutem Durchmischen wird das Wasser oder das organische Lösungsmittel durch schwaches Erwärmen unter Rühren verdampft oder durch Einleiten von Luft oder anderen Gasen aus dem Gemisch entfernt. Der Zusatz der Lösung der Alkali-Mangan-Verbindung zu den zu oxydierenden Paraffinen kann im Oxydationsgefäß geschehen. In diesem Fall wird das Lösungsmittel durch das Einblasen der oxydierenden Gase zu Beginn der Oxydation entfernt. Man arbeitet bei Temperaturen unterhalb etwa 135°.

Als oxydierend wirkende Gase kommen Sauerstoff, Luft oder andere Sauerstoff enthaltende Gase in Betracht; sie können noch geringe Mengen beschleunigend wirkender Stoffe, z. B. Stickoxyd, enthalten. Die Oxydation kann bei gewöhnlichem, vermindertem oder auch erhöhtem Druck durchgeführt werden; sie verläuft trotz den angewandten niedrigen Temperaturen verhältnismäßig rasch. Die oxydierend wirkenden Gase werden zweckmäßig durch Vorrichtungen oder Körper, die eine feine Verteilung der Gase bewirken, z. B. Sinterplatten, Filterkerzen, Düsen oder Füllkörper zugeführt. Nach der Oxydation wird das Oxydationserzeugnis in üblicher Weise verseift; die unverseifbaren Bestandteile werden von den Seifen getrennt. Das Mangan kann aus dem Unverseifbaren durch Filtrieren wiedergewonnen werden.

Die Anwendung der Alkali-Mangan-Verbindungen in Lösung bietet den Vorteil, daß die Oxydation schon nach kurzem Einblasen der oxydierend wirkenden Gase bei verhältnismäßig niedrigen Temperaturen beginnt und sehr gleichmäßig verläuft.

Versetzt man z. B. aus Braunkohle gewonnenes Hartparaffin mit 0,15% Kaliumpermanganat und leitet bei einer Temperatur von 115° Luft ein, so beginnt die Oxydation erst nach etwa 12 Stunden. Durch vorheriges, etwa 2stündiges Erhitzen des mit dem Katalysator versetzten Paraffins auf etwa 150° wird der Eintritt der Oxydation auf etwa 1/2 Stunde herabgesetzt. Versetzt man dagegen das zu oxydierende Paraffin mit einer wässrig alkoholischen Lösung der gleichen Gewichtsmenge Kaliumpermanganat, so beginnt die Oxydation bei 110° ohne vorherige Erhitzung des Gemisches schon nach etwa 10 Minuten.

Es ist bekannt, höhermolekulare Paraffinkohlenwasserstoffe bei Temperaturen unterhalb etwa 125° in Gegenwart von beispielsweise Kaliumpermanganat zu oxydieren. Hiervon unterscheidet sich das vorliegende

Verfahren dadurch, daß die Mangan-Alkali-Verbindung, in der das Mangan im Anion und das Alkali als Kation enthalten, in Lösung angewandt werden.

#### Beispiel 1

100 Gewichtsteile Braunkohlenparaffin werden mit einer Lösung von 0,12 Gewichtsteilen Kaliumpermanganat in 1,25 Gewichtsteilen Wasser gut vermischt und bei 112 bis 114° mit Luft oder Sauerstoff oxydiert. Schon nach 15 Minuten kommt die Oxydation in Gang, und nach etwa 8stündigem Arbeiten erhält man ein Erzeugnis mit der Säurezahl 80.

#### Beispiel 2

100 Gewichtsteile Erdölparaffin werden mit einer Lösung von 0,12 Gewichtsteilen Kaliumpermanganat in 2 Gewichtsteilen Aceton versetzt. Das Gemisch wird etwa 15 Minuten lang bei 125° verrührt und bei 112 bis 114° mit Luft behandelt. Die Oxydation beginnt sofort, und nach 7 bis 8 Stunden erhält man schon ein Erzeugnis mit der Säurezahl 81.

#### PATENTANSPRUCH:

Verfahren zur Herstellung von Oxydationserzeugnissen aus höhermolekularen Paraffinkohlenwasserstoffen durch katalytische Oxydation unter Verwendung von Mangan-Alkali-Verbindungen als Beschleunigern, die Mangan im Anion und das Alkali als Kation enthalten, bei Temperaturen unterhalb etwa 135°, dadurch gekennzeichnet, daß man dabei die Beschleuniger in gelöster Form anwendet und gegebenenfalls die zu oxydierenden Paraffinkohlenwasserstoffganz oder teilweise vorder Oxydation nach Zusatz der als Beschleuniger zu verwendenden Mangan-Alkali-Verbindungen einige Zeit lang auf erhöhte Temperatur erhitzt.