

Erteilt auf Grund des Ersten Überleitungsgesetzes vom 8. Juli 1949
(WIGBl. S. 175)

BUNDESREPUBLIK DEUTSCHLAND



AUSGEGEBEN AM
2. NOVEMBER 1950

DEUTSCHES PATENTAMT

PATENTSCHRIFT

Nr. 800 400

KLASSE 120 GRUPPE 7 03

F 3117 H'd/120 D

2531

Dr. Hans Nienburg in Ludwigshafen, Rhein
ist als Erfinder genannt worden

Badische Anilin- & Soda-Fabrik
(I. G. Farbenindustrie Akt.-Ges. „In Auflösung“)
in Ludwigshafen, Rhein

Verfahren zur Herstellung sauerstoffhaltiger organischer Verbindungen

Patentiert im Gebiet der Bundesrepublik Deutschland vom 2. Oktober 1948 an
Patenterteilung bekanntgemacht am 5. Oktober 1950

Es ist bekannt, daß man durch Behandeln von organischen Verbindungen, die olefinische Doppelbindungen enthalten, mit Kohlenoxyd und Wasserstoff in Gegenwart von Hydrierungskatalysatoren, insbesondere Metallen der 8. Gruppe oder deren Verbindungen, sauerstoffhaltige Verbindungen, vornehmlich Aldehyde oder Ketone, herstellen kann. Der Umsetzung sind nicht nur die einfachen olefinischen Kohlenwasserstoffe, sondern auch andere olefinische Verbindungen zugänglich. Allerdings hat sich herausgestellt, daß bei dem Versuch, an Diolefine mit konjugierter Doppelbindung Kohlenoxyd und Wasserstoff anzulagern, das Ergebnis unbefriedigend ist; man erhält ein sehr uneinheitliches Reaktionsprodukt.

Es wurde nun gefunden, daß man auch das Diolefinen mit konjugierten Doppelbindungen durch

die Anlagerung von Kohlenoxyd und Wasserstoff einheitliche Verbindungen, z. B. ungesättigte Aldehyde und deren Hydrierungsprodukte, gewinnen kann, wenn man die Diolefine vor der Umsetzung mit dem Kohlenoxyd-Wasserstoff-Gemisch dimerisiert. Dies läßt sich beispielsweise durch einfaches Erhitzen der Diolefine auf erhöhte Temperatur, z. B. 200 bis 250°, bewerkstelligen.

Die Behandlung der Dimeren mit Kohlenoxyd und Wasserstoff wird nach den an sich üblichen Methoden für diese Umsetzung durchgeführt.

Die in den nachfolgenden Beispielen angegebenen Teile sind Gewichtsteile.

Beispiel 1

Man erhitzt in einem Druckgefäß 225 Teile Butadien 3 Stunden auf 200 bis 250°, versetzt das

Dimerisat dann in einem Rührautoklaven mit 5 Teilen eines 20% Kobalt auf Kieselgur enthaltenen Katalysators und behandelt das ganze bei 120° und 200 at mit einem Kohlenoxyd-Wasserstoff-Gemisch (1 : 1) so lange, bis je 1 Mol Kohlenoxyd und Wasserstoff auf 1 Mol des dimeren Produktes aufgenommen worden sind, was in 60 bis 80 Minuten der Fall ist. Das Mischgas wird durch Wasserstoff von 100 at ersetzt und das Umsetzungsprodukt zur Zerlegung von Kobaltcarbonylverbindungen nochmals 60 Minuten auf 120° erhitzt. Durch Destillation des Umsetzungsproduktes im Vakuum erhält man in guter Ausbeute einen cyclischen, einfach ungesättigten C₉-Aldehyd von eigenartigem Geruch, der unter 18 mm bei 93 bis 98° siedet.

Beispiel 2

200 Teile Isopren werden durch Wärmebehandlung dimerisiert und unter den in Beispiel 1 beschriebenen Bedingungen mit Wassergas behandelt, bis je ein Mol Kohlenoxyd und Wasserstoff auf

ein Mol des dimeren Produktes aufgenommen worden sind, was etwa 70 Minuten dauert. Zur Zerlegung von Kobaltcarbonylverbindungen behandelt man anschließend bei 120° eine Stunde mit Wasserstoff unter Druck, filtriert und destilliert dann das Filtrat im Vakuum. In guter Ausbeute erhält man ein unter 14 mm bei 130 bis 135° siedendes farbloses, zitronenartig riechendes Öl. Es handelt sich um einen cyclischen Aldehyd mit 11 C-Atomen, der geringe Anteile des entsprechenden C₁₁-Alkohols enthält.

PATENTANSPRUCH:

Verfahren zur Herstellung sauerstoffhaltiger organischer Verbindungen durch Anlagerung von Kohlenoxyd und Wasserstoff an Olefine in Gegenwart von Katalysatoren unter Druck und in der Wärme, dadurch gekennzeichnet, daß man bei der Verwendung von Dienkohlenwasserstoffen als Ausgangsstoffe diese vor der Umsetzung einer Dimerisation unterwirft.