

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

BUNDESREPUBLIK DEUTSCHLAND



AUSGEGEBEN AM
24. JULI 1952

DEUTSCHES PATENTAMT
PATENTSCHRIFT

Nr. 844 891

KLASSE 12 o GRUPPE 5 o2

B 7254 IV d / 120

2532

Dr. Hans Nienburg, Ludwigshafen/Rhein und
Dr. Wilhelm Friedrichsen, Ludwigshafen/Rhein
sind als Erfinder genannt worden

Badische Anilin- & Soda-Fabrik
(I. G. Farbenindustrie Aktiengesellschaft »In Auflösung«),
Ludwigshafen/Rhein

Verfahren zur Herstellung von primären Alkoholen

Patentiert im Gebiet der Bundesrepublik Deutschland vom 19. Juli 1944 an
Der Zeitraum vom 8. Mai 1945 bis einschließlich 7. Mai 1950 wird auf die Patentdauer nicht angerechnet
(Ges. v. 15. 7. 51)

Patentanmeldung bekanntgemacht am 11. Oktober 1951

Patenterteilung bekanntgemacht am 29. Mai 1952

Es wurde gefunden, daß man in sehr vorteil-
hafter Weise primäre Alkohole herstellen kann,
wenn man 1, 3-Dioxane der Einwirkung von Was-
serstoff bei erhöhter Temperatur und unter erhöh-
tem Druck in Gegenwart von Hydrierungskataly-
satoren unterwirft.

Besonders wertvoll ist das Verfahren für die
Behandlung solcher 1, 3-Dioxane, die in 4-Stellung
und gegebenenfalls auch in 5- und bzw. oder 6-Stel-
lung durch mindestens eine Alkylgruppe sub-
stituiert sind. Derartige 1, 3-Dioxane können z. B.
nach den Angaben der Patentschrift 749 150 er-
halten werden.

Bei der genannten Behandlung werden auf 1 Mol
des Dioxans 2 Mol Wasserstoff aufgenommen, 15
wobei der Ausgangsstoff in 1 Mol Methanol und
1 Mol eines höheren primären Alkohols gespalten
wird. So erhält man z. B. aus dem 4, 4-Dimethyl-
dioxan-(1, 3) neben Methanol in guter Ausbeute
Isoamylalkohol [3-Methylbutanol-(1)], aus dem 20
4, 4, 5-Trimethyldioxan-(1, 3) entsteht, 2, 3-Di-
methylbutanol-(1), und das 4, 4, 5, 5-Tetramethyldi-
oxan-(1, 3) liefert 2, 2, 3-Trimethylbutanol-(1).
Die katalytische Hydrierung erfolgt vorzugs-
weise in der flüssigen Phase. Sie kann sowohl mit 25
fest angeordneten als auch mit in der Flüssigkeit

suspendierten Katalysatoren durchgeführt werden. Als Katalysatoren eignen sich besonders aktivierte Kupferkatalysatoren. Die als Ausgangsstoffe dienenden 1, 3-Dioxane können als solche oder im Gemisch mit inerten Verdünnungs- oder Lösungsmitteln, z. B. Methanol, Butanol oder Cyclohexan, angewandt werden. Der Wasserstoffdruck wird zweckmäßig über 100 at gehalten. Als beste Reaktionstemperatur hat sich der Bereich zwischen 200 und 280° erwiesen.

Die in den nachstehenden Beispielen angegebenen Teile sind Gewichtsteile.

Beispiel 1

100 Teile 4, 4-Dimethyldioxan-(1, 3) werden mit 5 Teilen eines Kupfer-Chromoxyd-Katalysators bei 260° in einem Hochdruckgefäß unter einem Druck von 200 at mit Wasserstoff behandelt. Nach kurzer Zeit ist die für 2 Mol Wasserstoff je Mol Dioxan berechnete Menge aufgenommen, und die Druckabnahme kommt zum Stillstand. Das Erzeugnis wird vom Katalysator abgetrennt und liefert bei der Destillation neben Methanol in einer Ausbeute, die 80 bis 90% der berechneten entspricht, reinen Isoamylalkohol mit dem Kp. 131°.

Beispiel 2

200 Teile 4, 4, 5-Trimethyldioxan-(1, 3) werden, wie in Beispiel 1 beschrieben, mit Wasserstoff in Gegenwart von 10 Teilen eines Kupfer-Chromoxyd-Katalysators bei 250° unter einem Druck von

200 at behandelt. Nach Aufhören der Wasserstoffaufnahme erhält man durch Destillation neben Methanol in sehr guter Ausbeute 2, 3-Dimethylbutanol-(1) mit dem Kp. 145°.

Beispiel 3

116 Teile 4, 4, 5, 5-Tetramethyldioxan-(1, 3) werden mit 8 Teilen eines Kupfer-Chromoxyd-Katalysators unter einem Druck von 150 at mit Wasserstoff bei 255° behandelt. Nach 2 Stunden ist die Wasserstoffaufnahme beendet. Das Reaktionsgemisch besteht aus Methanol und dem bei 156° siedenden 2, 2, 3-Trimethylbutanol-(1), das in einer Ausbeute von 85% der Theorie entsteht.

Beispiel 4

140 Teile 4-Methyldioxan-(1, 3) werden mit 9 Teilen eines Kupfer-Chromoxyd-Katalysators, wie in Beispiel 1 beschrieben, mit Wasserstoff bei 270° unter einem Druck von 200 at behandelt. Nach dem Aufhören der Wasserstoffaufnahme erhält man durch Destillation neben Methanol in guter Ausbeute n-Butylalkohol mit dem Kp. 117°.

PATENTANSPRUCH:

Verfahren zur Herstellung von primären Alkoholen, dadurch gekennzeichnet, daß man 1, 3-Dioxane der Einwirkung von Wasserstoff unter erhöhtem Druck und bei erhöhter Temperatur in Gegenwart von Hydrierungskatalysatoren unterwirft.