



AUSGEGEBEN AM
17. JANUAR 1930

REICHSPATENTAMT
PATENTSCHRIFT

№ 489 280

KLASSE 12^o GRUPPE 5

B 112484 IVa/12^os

Tag der Bekanntmachung über die Erteilung des Patents: 24. Dezember 1929

2728

I. G. Farbenindustrie Akt.-Ges. in Frankfurt a. M. *)

Verfahren zur Reinigung durch Hydrogenisation der Oxyde des Kohlenstoffs
gewonnener Gemische sauerstoffhaltiger organischer Verbindungen

Patentiert im Deutschen Reiche vom 29. Januar 1924 ab

Bei der katalytischen Hydrogenisation der Oxyde des Kohlenstoffs kann man bei Einhaltung bestimmter Arbeitsbedingungen außer Methylalkohol Gemische höher molekularer Alkohole und anderer sauerstoffhaltiger organischer Verbindungen erhalten, die aber vielfach einen für die technische Verwendung dieser Produkte, z. B. als Lösungsmittel, Quellungsmittel, Verschnittmittel, störenden Geruch besitzen und unerwünscht gefärbt sind. Durch die üblichen Reinigungsmethoden lassen sich diese Mängel nicht ohne weiteres beseitigen.

Es wurde nun gefunden, daß sowohl Farbe wie Geruch der genannten Produkte weitgehend verbessert werden können, wenn man sie in flüssiger Form und bei Temperaturen, bei denen noch keine Spaltung der Produkte stattfindet, in Gegenwart fein verteilter Metalle mit Wasserstoff behandelt. Vorzugsweise finden hierbei solche Metalle Verwendung, die als Hydrierungskatalysatoren bekannt sind, wie Nickel, Eisen, Kupfer, Kobalt, Platin, Palladium usw. Man kann diese für sich oder auch in Gemischen, u. a. in aktivierter Form, verwenden. Dabei braucht jedoch eine Hydrogenisation etwa vorhandener ungesättigter Verbindungen nur in geringem Maße stattzufinden. Man kann die Gesamtmenge des Produktes auf einmal in der angegebenen Weise reinigen; jedoch ist es zweck-

mäßig, wenn man einzelne größere Fraktionen für sich der erwähnten Behandlung unterwirft.

Die Ausführung des Verfahrens kann in verschiedenartiger Weise geschehen. Man kann beispielsweise die Flüssigkeit in Gegenwart von Wasserstoff über das Metall fließen lassen oder das Gemisch von Metall und Flüssigkeit am Rückflußkühler oder im geschlossenen Gefäß unter Röhren und Einleiten von Wasserstoff erhitzen. Das Verfahren kann bei gewöhnlichem, erhöhtem oder vermindertem Druck ausgeführt werden. Die Höhe der Temperatur richtet sich nach dem Siedepunkt der zu behandelnden Produkte; doch ist es im allgemeinen ratsam, möglichst niedrige Temperaturen anzuwenden, um eine Spaltung der Produkte zu vermeiden.

Zweckmäßig scheidet man der Behandlung mit Metallen und Wasserstoff eine Behandlung mit Bleicherde oder anderen pulverförmigen Reinigungsmitteln voraus. Dadurch ist es möglich, völlig wasserklare Produkte zu erzielen.

Es ist zwar bekannt, Gärungsäthylalkohol durch Behandlung mit Wasserstoff, der in dem Alkohol selbst z. B. mittels Alkalimetalle entwickelt wird, von üblem Geruch und Geschmack zu befreien. Da aber die Verunreinigungen im Gärungsäthylalkohol ganz anderer Natur sind als in den Hydrierungsprodukten der Kohlenoxyde, konnten für die Reinigung der letzteren

*) Von dem Patentsucher ist als der Erfinder angegeben worden:

Dr. Wilhelm Pungs in Ludwigshafen a. Rh.

aus dem erwähnten Vorschlag, der übrigens zur
Reinigung von Alkohol niemals praktische An-
wendung gefunden hat und im vorliegenden
Falle zufolge der nachteiligen Bildung von Ätz-
alkalien auch ungeeignet wäre, keinerlei An-
haltspunkte entnommen werden.

Es ist ferner vorgeschlagen worden, Gärungs-
alkohol enthaltende Flüssigkeiten mit Holz-
oder Tierkohle, Kieselgur usw. zu behandeln.
Bei den vorliegenden Produkten führt aber
dieses Verfahren allein nicht zum Ziele. Man
hat auch bereits auf synthetischem Wege ge-
wonnene Aldehyde durch Hydrierung in Alkö-
hole übergeführt, und es ist ferner bekannt,
aliphatische und aromatische Kohlenwasser-
stoffe in gasförmigem Zustande in Gegenwart
fein verteilter Metalle mit Wasserstoff zu reinigen,
wobei ebenfalls eine beträchtliche Hydrierung
erfolgt. Bei dem vorliegenden Verfahren werden
sauerstoffhaltige Verbindungen, die durch Hydro-
genisation von Kohlenoxyden gewonnen sind,
in flüssiger Form in Gegenwart von fein ver-
teilten Metallen behandelt, wodurch lediglich
eine weitgehende Reinigung der Produkte bezüg-
lich Farbe und Geruch erfolgt, ohne daß die
Produkte ihre lösenden Eigenschaften verlieren.
Ein solches Ergebnis war aber nicht ohne wei-
teres zu erwarten, vielmehr konnte man an-
nehmen, daß durch die Behandlung mit Wasser-
stoff die Produkte ihre guten Eigenschaften
weitgehend verändern würden.

Beispiel I

Die bei 100 bis 180° siedende Fraktion eines
durch Hydrogenisation von Kohlenoxyd er-

haltenen, im wesentlichen aus Alkoholen be-
stehenden Produktes von gelber Farbe, geringem
Schwefelgehalt und unangenehmem Geruch
wird zu 5 % ihres Gewichts mit einem reduzier-
ten Nickelkieselgurkatalysator versetzt, worauf
die Mischung unter Durchleiten eines langsamen
Wasserstoffstromes unter kräftigem Rühren
etwa 1 Stunde lang auf 95° am Rückflußkühler
erhitzt wird. Darauf destilliert man das Produkt
ab und erhält eine Flüssigkeit von heller Farbe
und angenehmem Geruch.

Beispiel 2

Man behandelt die gleiche Fraktion wie im
ersten Beispiel zunächst bei etwa 50° mit Bleich-
erde und läßt sie dann in Gegenwart von Wasser-
stoff in einem Turm eintropfen, der mit reduzier-
tem Nickelaluminiumsilikat beschickt ist und
auf einer Temperatur von etwa 100° gehalten
wird. Man erhält wasserklare Produkte.

PATENTANSPRUCH:

Verfahren zur Reinigung durch Hydro-
genisation von Kohlenoxyden gewonnener
sauerstoffhaltiger organischer Verbindungen,
dadurch gekennzeichnet, daß man diese, ge-
gebenenfalls nach einer Vorbehandlung mit
Adsorptionsmitteln, in flüssiger Form bei
Temperaturen, bei denen noch keine Späl-
tung der Produkte stattfindet, in Gegenwart
von fein verteilten Metallen mit Wasserstoff
behandelt.