

Patent applications.

Separation of Alcohols  
from Hydrocarbons.

Bag 3041 — 37

Target 30/4.02

1. Zusatz: O.Z. 73883  
2. Zusatz: O.Z. 73881

R5

370001050

# I. G. FARBENINDUSTRIE AKTIENGESELLSCHAFT

Unser Zeichen: O.Z. 13 570 Lu/T  
Ludwigshafen a/Rh., den 22. Juli 1942

## Trennverfahren für Gemische aus Alkoholen und Kohlenwasserstoffen.

Es wurde gefunden, dass man Gemische aus höhermolekularen Alkoholen und Kohlenwasserstoffen etwa derselben Molekülgrösse vorteilhaft dadurch trennen kann, dass man das Gemisch in sie lösenden Flüssigkeiten löst, die Lösung dann über Stoffe fließen lässt, die nur die Alkohole festhalten, und die Alkohole dann aus den sie aufnehmenden Mitteln herauslöst.

Als besonders gutes, die Alkohole festhaltendes Mittel hat sich Kieselgel erwiesen, da es verhältnismässig grosse Mengen Alkohole aufnimmt, und zwar gleichzeitig Alkohole verschiedener Kettenlänge. Ferner lassen sich aus dem Kieselgel die Alkohole verhältnismässig leicht entfernen, ohne dass es nach der Entfernung des Lösemittels an Trennvermögen merklich einbüsst.

Nach diesem Verfahren können z.B. Alkohole in reiner Form gewonnen werden, wie man sie durch Hydrierung von Oxydationserzeugnissen aus Paraffin oder Ölen nach dem Patent 564 208 erhält. Es können auch alkoholhaltige Gemische getrennt werden, die man durch Anlagerung von Kohlenoxyd und Wasserstoff an Olefine erhält, oder wie sie in den unverseifbaren Anteilen der Oxydationserzeugnisse von Kohlenwasserstoffen oder daraus abgetrennten Anteilen vorlie-

gen.

gen. Um eine befriedigende Trennung zu erreichen, muss man, wie erwähnt, die Gemische mit Lösungsmitteln verdünnen. Hierzu eignen sich vor allem niedermolekulare Kohlenwasserstoffe, insbesondere Pentan, ferner unterhalb etwa  $100^{\circ}$  siedende Benzinfraktionen. Unter Umständen können auch höher- oder tiefersiedende Lösungsmittel verwendet werden, sowie chlorierte Kohlenwasserstoffe, ferner Benzol, Toluol und Äther.

Man nimmt zweckmässig auf 1 Raumteil des zu trennenden Gemischs 3 bis 10 Raumteile Lösungsmittel und lässt das Gemisch über 3 bis 10 Gewichtsteile Kieselgel fließen. Die Teilchengrösse des Kieselgels ist zweckmässig 0,3 bis 3 mm. Nachdem das Gemisch durchgeflossen ist, wird mit einer ausreichenden Menge Lösungsmittel nachgespült, um die anhaftenden Begleitstoffe der Alkohole aus dem Gel herauszulösen. Hierauf wird der Alkohol mit einem sauerstoffhaltigen Lösungsmittel, z.B. Methylalkohol oder Aceton oder anderen niedermolekularen Alkoholen oder Ketonen wieder aus dem Gel entfernt. Hierzu benötigt man ungefähr 6 bis 20 Teile des Lösungsmittels. Die Temperatur bei der Trennung wird im allgemeinen so gewählt, dass das Lösungsmittel und der gelöste Stoff flüssig sind. Das Kieselgel wird hierauf unter vermindertem Druck auf die Temperatur erhitzt, die zur Entfernung des Lösungsmittels notwendig ist, und kann dann erneut verwendet werden. Man kann das anhaftende sauerstoffhaltige Lösungsmittel auch durch Spülen mit Gasen bei erhöhter Temperatur entfernen. Durch Abdestillieren der Lösungsmittel werden die Stoffe in reiner Form gewonnen. Diese Trennung lässt sich bei jedem Mischungsverhältnis von Alkoholen und Kohlenwasserstoffen gleich gut durchführen. Durch Anwendung mehrerer mit Kieselgel und dgl. gefüllter Türme und fortlaufende Abdestillation der Lösungsmittel lässt sich das Verfahren

fahren auch in ununterbrochenem Betrieb ausführen. Es ist dabei darauf zu achten, dass die beiden verwendeten Gruppen von Lösungsmitteln vor der Wiederverwendung gut voneinander getrennt werden.

#### Beispiel 1.

Man löst 90 Gewichtsteile einer Mischung aus 45 Gewichtsteilen hydriertem Gasöl mit der Hydroxylzahl 0 vom Siedebereich 200 bis 320° aus der Kohlenoxydhydrierung und 45 Gewichtsteilen eines durch Hydrieren von Paraffinoxydationsfettsäuren erhaltenen Alkohols mit der Hydroxylzahl 216, der noch etwa 10 % Paraffin enthält, in 450 Gewichtsteilen Pentan und lässt die Lösung über 450 Gewichtsteile weitporiges Kieselgel fließen. Dann spült man mit 450 Gewichtsteilen Pentan nach und dampft aus der durchgelaufenen Flüssigkeit das Pentan ab. Es werden 52 Gewichtsteile Kohlenwasserstoffe mit der Hydroxylzahl 3 erhalten. Das Kieselgel wird mit 900 Gewichtsteilen Methanol ausgezogen und das Methanol aus der Lösung abdestilliert. Man erhält 38 Gewichtsteile eines Alkohols von der Hydroxylzahl 247. Das Kieselgel wird unter vermindertem Druck 4 Stunden lang auf 100° erwärmt und dann erneut verwendet. ~~Nach viermaligem Gebrauch zeigte sich noch kein Nachlassen der Wirkung des Kieselgels.~~

#### Beispiel 2.

90 Gewichtsteile eines Gemischs, das durch Oxydation eines aus der katalytischen Hydrierung von Kohlenoxyd stammenden Öls vom Siedebereich 200 bis 320° und anschließende Reduktion der Alkohole erhalten wurde und die Hydroxylzahl 51 hat, löst man in 450 Teilen Pentan und lässt die Lösung über 450 Gewichtsteile weitporiges Kieselgel fließen. Dann wird mit 450 Gewichtsteilen Pentan nachgespült. Nach dem Abdestillieren des Pentans erhält man 51,5 Gewichtsteile fast reine Kohlenwasserstoffe (Hydroxylzahl 2,7). Das Kieselgel wird mit

900 Gewichtsteilen Methanol ausgezogen. Man erhält nach dem Abdestillieren des Methanols 35 Gewichtsteile eines Alkoholgemisches von der Hydroxylzahl 185.

Patentanspruch.

Verfahren zur Abtrennung höhermolekularer Alkohole aus Gemischen mit Kohlenwasserstoffen, dadurch gekennzeichnet, dass man die Gemische in sie lösenden Flüssigkeiten löst, die Lösung dann über Stoffe fließen lässt, die nur die Alkohole festhalten, und die Alkohole dann aus den sie aufnehmenden Mitteln herauslöst.

I.G.FARBENINDUSTRIE AKTIENGESELLSCHAFT