

15. Dez. 1942

370001054

Münchberg

I. G. FARBENINDUSTRIE AKTIENGESELLSCHAFT

*Herrn Dr. Wendel
4. Gruppe Kopic 157/194*

Unser Zeichen: O. Z. 13 831 Lu/T
Ludwigshafen/Rh., den 8. Dezember 1942

Trennverfahren für Gemische aus Alkoholen und Kohlenwasserstoffen.

Zusatz zum Patent... (Anmeldung I 72 811 IVd/12o)

Gegenstand des Patents... (Anmeldung I 72 811 IVd/12 o)

ist ein Verfahren zur Abtrennung höhermolekularer Alkohole aus Gemischen mit Kohlenwasserstoffen, wobei man die Gemische in sie lösenden Flüssigkeiten löst, die Lösung über Stoffe fließen lässt, die nur die Alkohole festhalten, und die Alkohole dann aus den sie aufnehmenden Mitteln herauslöst. Nach dem Verfahren des Zusatzpatents... (Anmeldung I 73 572 IVd/12 o) werden die Alkohole aus den sie festhaltenden Stoffen mit gegebenenfalls überhitztem Wasserdampf oder mit erhitzten Gasen entfernt.

Es wurde nun weiterhin gefunden, dass man flüssige oder durch Erwärmen verflüssigte Alkohol-Kohlenwasserstoff-Gemische, besonders solche mit grösserem Siedebereich, auch ohne Zusatz eines Lösungsmittels auf die genannte Weise trennen kann. Besonders vorteilhaft ist es, wenn man als Mittel zum Herauslösen der festgehaltenen Alkohole niedriger siedende Anteile der Ausgangsgemische anwendet. Gemische von Alkoholen mit Kohlenwasserstoffen, die in diese ihre Bestandteile zu trennen sind, werden beispielsweise erhalten, wenn man Kohlenoxyd bei mittlerem

Druck und milden Temperaturen, z.B. unterhalb 250° , in Gegenwart von Eisenkatalysatoren mit Wasserstoff behandelt. Man erhält dabei flüssige Gemische, die etwa 40 bis 70 % Alkohole enthalten, und die von 35° bis 400° und höher sieden. Um ein solches Gemisch zu verarbeiten, zerlegt man es z.B. in Anteile von folgenden Siedebereichen:

35 bis 100° ,
 100 bis 170° ,
 170 bis 240° ,
 240 bis 300° ,
 300 bis 350° ,
 350 bis 400° ,

Nun bringt man zunächst den zwischen 350 und 400° siedenden Anteil mit dem die Alkohole festhaltenden Stoff zusammen und verdrängt dann die festgehaltenen Alkohole mit dem zwischen 240 und 300° siedenden Anteil. Man erhält so ein Alkoholgemisch vom Siedebereich 350 bis 400° zusammen mit einem noch geringe Mengen Alkohole enthaltenden, von 240 bis 300° siedenden Kohlenwasserstoffgemisch. Die hochsiedenden Alkohole können daraus in einfacher Weise durch Abdestillieren der niedriger siedenden Anteile gewonnen werden. Auf dem festhaltenden Mittel befindet sich jetzt das Alkoholgemisch des zum Herauslösen der höchstsiedenden Alkohole benutzten Anteils vom Siedebereich 240 bis 300° . Dieses behandelt man mit dem von 100 bis 170° siedenden Anteil. Man erhält nun das von 240 bis 300° siedende Alkoholgemisch vermischt mit hauptsächlich den Kohlenwasserstoffen des zur Abtrennung benutzten, von 100 bis 170° siedenden Anteils. Man arbeitet in der oben angegebenen Weise auf. Um die am niedrigsten siedenden Alkohole abzutrennen, wendet man wie beim Hauptpatent z.B. Methanol oder Aceton an oder, wie im Zusatzpatent... (Anmeldung I 73 572 IVd/12 o) vorgeschlagen,

vorgeschlagen, überhitzten Wasserdampf oder erhitzte Gase.

Beispiel 1.

Ein Gemisch von Alkoholen und Kohlenwasserstoffen, gewonnen bei der Behandlung von Kohlenoxyd mit Wasserstoff bei mittlerem Druck unterhalb 250° in Gegenwart eines Eisenkatalysators, wird wie oben erwähnt in Anteile von verschiedenen Siedebereichen zerlegt. Man lässt 5 Teile des 52% Alkohole enthaltenden, von 350 bis 400° siedenden Gemischs bei 40° etwa eine halbe Stunde lang über 10 Teile weitporiges Kieselgel fließen. Der kohlenwasserstoffreiche Anteil wird entfernt und das Gel nötigenfalls mit einem schon von Alkoholen befreiten, von 240 bis 300° siedenden Anteil aus einem früheren Arbeitsgang gewaschen. Dann lässt man bei gewöhnlicher Temperatur 5 Teile des zwischen 240 und 300° siedenden, 55% Alkohole enthaltenden Anteils gleichfalls etwa eine halbe Stunde lang über das Kieselgel strömen und destilliert aus der abgetrennten Flüssigkeit die leicht siedenden Anteile ab. Man erhält 2 Teile Alkohole. Nun wird das die Alkohole des zweiten Anteils festhaltende Kieselgel mit den Kohlenwasserstoffen vom Siedebereich 100 bis 170° aus einem früheren Arbeitsgang gewaschen und dann mit 5 Teilen des bei 100 bis 170° siedenden, 60% Alkohole enthaltenden Alkohol-Kohlenwasserstoff-Gemischs der Alkoholanteil des von 240 bis 300° siedenden Anteils von dem Gel herabgelöst. Nach dem Abdestillieren der niedrigsiedenden Bestandteile erhält man wieder 2 Teile Alkohole. Die Alkohole, die sich jetzt auf dem Gel befinden, werden nach dem Waschen mit den niedrig siedenden Kohlenwasserstoffen aus dem bei 35 bis 100° siedenden Anteil mit überhitztem Wasserdampf ausgetrieben. Die Ausbeute an diesem von 100 bis 170° siedenden Alkoholanteil beträgt nach dem Abdestillieren der

leichten

leichten Kohlenwasserstoffe 2,2 Teile.

In einer zweiten Arbeitsreihe werden die anderen, bei der Zerlegung des Ausgangsgemischs erhaltenen Anteile in entsprechender Weise verarbeitet.

Beispiel 2.

5 Teile eines Gemischs der in Beispiel 1 verwendeten Art, aber vom Siedebereich 300 bis 350°, das 60 % höhere Alkohole enthält, werden mit 2,5 Teilen weitporigem Kieselgel etwa 30 Minuten lang in Berührung gebracht. Nach dem Abtrennen der nicht festgehaltenen kohlenwasserstoffreichen Anteile wird das Gel mit einem bei 60 bis 100° siedenden, 60 % Methanol, Äthanol und Aceton enthaltenden Gemisch aus derselben Quelle behandelt. Beim Destillieren der Flüssigkeit werden 1,3 Gewichtsteile eines zu 95 % aus höheren Alkoholen bestehenden Rückstands erhalten.

Statt mit dem genannten Gemisch kann man die festgehaltenen Alkohole auch mit Wasserstoff von etwa 280° aus dem Gel entfernen.

Patentanspruch.

Verfahren zur Abtrennung höhermolekularer Alkohole nach dem Patent (Anmeldung I 72 811 IVd/12 o) und Patent (Anmeldung I 73 572 IVd/12 o), dadurch gekennzeichnet, dass man von flüssigen oder durch Erwärmen verflüssigten Gemischen von Alkoholen mit Kohlenwasserstoffen ohne Anwendung eines Lösungsmittels ausgeht.