

I. G. FARBENINDUSTRIE AKTIENGESELLSCHAFT

971756 IV a/120

Unser Zeichen: O.Z. 13299

Ludwigshafen-a. Rhein, den 10. März 1942. Fr/Va.

Verfahren zum Reinigen von organischen sauerstoffhaltigen Erzeugnissen.

Bei der Umsetzung von Olefinen mit Kohlenoxyd und Wasserstoff, vorzugsweise unter dem Einfluss von Eisen-, Nickel- oder Kobaltkatalysatoren, mit dem Ziel, Aldehyde, Ketone oder deren Hydrierungserzeugnisse herzustellen, erhält man häufig flüssige sauerstoffhaltige Erzeugnisse, die den Katalysator oder daraus entstandene Verbindungen, insbesondere also Eisen-, Nickel- oder Kobaltverbindungen, in molekularer oder kolloid gelöster Form enthalten. Diese Bestandteile sind bei der weiteren Verarbeitung der Erzeugnisse häufig hinderlich. Auch gehen auf diese Weise, vor allem im fortlaufenden Betrieb, wesentliche Mengen der Katalysatormetalle verloren.

Es wurde nun gefunden, dass man sie bei der Anlagerung von Kohlenoxyd und Wasserstoff an Olefine erhaltenen sauerstoffhaltigen Verbindungen vollständig oder teilweise von den darin gelösten Metallen oder Metallverbindungen in einfacher Weise befreien kann, wenn man die Erzeugnisse in flüssiger Phase in Gegenwart von Füllkörpern oder großoberflächigen Stoffen bei erhöhter Temperatur und unter erhöhtem Druck mit Wasserstoff behandelt.

Am zweckmäßigsten schließt man diese Behandlung unmittelbar an die Herstellung der Erzeugnisse in einem mit groboberflächigen Stoffen, wie aktiver Kohle, Kieselgur, Bimsstein, Kieselgel oder einfachen Füllkörpern beschickten Raum an. Dies kann diskontinuierlich in Druckkesseln oder auch fortlaufend, z.B. im Riesel- oder Sumpferfahren, geschehen.

Die geeignete Behandlungstemperatur hängt von der Art des Behandlungsgutes, der gelösten Metalle oder der Metallverbindungen ab. Im allgemeinen arbeitet man zwischen 50 und 250°, zweckmäßig zwischen 100 und 150°; dies entspricht auch im allgemeinen der Temperatur, mit der die sauerstoffhaltigen Erzeugnisse das Umsetzungsgefäß ihrer Herstellung verlassen. Der Wasserstoffdruck beträgt zweckmäßig mindestens 20 Atmosphären, man kann auch bei 50, 80 oder 200 Atmosphären Druck oder darüber arbeiten.

Bei dieser Behandlung werden die Metallverbindungen zu den Metallen reduziert und schlagen sich fein verteilt auf den Füllkörpern oder den groboberflächigen Stoffen nieder. Man kann dann, wenn eine größere Menge der sauerstoffhaltigen Erzeugnisse nachbehandelt worden ist, die mit Metallen angereicherten Körper auswechseln und das Metall gewinnen.

Die nach dem vorliegenden Verfahren behandelten Flüssigkeiten sind ganz oder teilweise metallfrei, wodurch die Abtrennung und Gewinnung der sauerstoffhaltigen Erzeugnisse besonders erleichtert wird. Die sauerstoffhaltigen Verbindungen können bei der Behandlung mehr oder weniger hydriert werden. Es ist durch geeignete Abstimmung der Verfahrensbedingungen leicht zu erreichen, dass eine vollständige Hydrierung der sauerstoffhaltigen Verbindungen unterbleibt.

Beispiel 1.

Beispiel 1.

Eine aus Aldehyden, Ketonen, Alkoholen und Kohlenwasserstoffen bestehende Flüssigkeit (Carbonylzahl 158), die durch Einwirkung von Kohlenoxyd und Wasserstoff auf ein Kohlenwasserstoffgemisch (Kp. = 50 - 100°, Olefingehalt 45 %) bei 130° und unter 120 Atm. Druck in Gegenwart von metallischem Kobalt erhalten worden ist, enthält 0,15 Gewichtsprozent Kobalt in gelöster Form. Man lässt sie mit einer Geschwindigkeit von 10 Litern in der Stunde durch ein mit Bimsstein beschicktes senkrechtes Hochdruckrohr von 25 Litern Inhalt bei 100° rieseln, während man gleichzeitig Wasserstoff von 25 Atm. Druck aufpresst. Die ablaufende Flüssigkeit (Carbonylzahl 150) bleibt im Gegensatz zur zulaufenden selbst nach längerem Stehen vollkommen klar, sie enthält nur noch 0,02 Gewichtsprozent Kobalt.

Beispiel 2.

Eine aus Aldehyden, Ketonen, Alkoholen und Kohlenwasserstoffen bestehende Flüssigkeit (Carbonylzahl 151), die durch Einwirkung von Kohlenoxyd und Wasserstoff auf ein Diisobutyl-Diisobutan-Gemisch (Kp. = 98 - 105°, Olefingehalt 80 %) bei 115° und unter 100 Atm. Druck in Gegenwart von metallischem Kobalt erhalten worden ist, enthält 0,11 % Kobalt in gelöster Form. Man erhitzt sie in einer Rollbombe mit 10 % ihres Gewichts gekörnter Aktivkohle 3 Stunden lang auf 120° und presst gleichzeitig Wasserstoff von 200 Atm. auf. Die Flüssigkeit enthält nach dieser Behandlung noch weniger als 0,005 % Kobalt (Carbonylzahl 146) und ist wasserhell.

Patentanspruch:

Verfahren zum Reinigen von organischen sauerstoffhaltigen Erzeugnissen, die durch Anlagerung von Kohlenoxyd und Wasserstoff an Olefine hergestellt worden sind und gelöste Metalle oder Metallverbindungen enthalten, dadurch gekennzeichnet, dass man die Erzeugnisse in Gegenwart von Füllkörpern oder großoberflächigen Stoffen bei erhöhter Temperatur und unter erhöhtem Druck mit Wasserstoff behandelt. I. G. FARBENINDUSTRIE AKTIENGESELLSCHAFT