

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

BUNDESREPUBLIK DEUTSCHLAND



AUSGEGEBEN AM
13. DEZEMBER 1951

DEUTSCHES PATENTAMT

PATENTSCHRIFT

Nr. 824 793

KLASSE 120 GRUPPE 502

B 1051 IV d/120

2761

Dipl.-Ing. Ludwig Raichle, Ludwigshafen/Rhein und
Dr. Anton Wegerich, Ludwigshafen/Rhein
sind als Erfinder genannt worden

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

Verfahren zur Gewinnung von Isobutylalkohol

Patentiert im Gebiet der Bundesrepublik Deutschland vom 10. Dezember 1949 an
Patenterteilung bekanntgemacht am 8. November 1951

Es ist bekannt, daß bei der katalytischen Um-
setzung von Kohlenoxyd mit Wasserstoff bei er-
höhter Temperatur und unter Druck die Ausbeute
an Isobutylalkohol steigt, wenn der bei dem Ver-
fahren entstehende Methylalkohol ganz oder teil-
weise in das Reaktionsgefäß zurückgeführt wird.
Man arbeitet dabei bisher in der Weise, daß man das
aus dem Reaktionsgefäß austretende Gemisch von
Gasen und Dämpfen durch Wärmeaustauscher und
Kühler leitet, das dabei nicht kondensierte Gas in
das Reaktionsgefäß unter Druck zurückführt, das
Kondensat im Abscheider entspannt, durch frak-
tionierte Destillation zerlegt und den dabei gewon-
nenen Methylalkohol ebenfalls in den Reaktions-
raum zurückführt.

Es wurde nun gefunden, daß man die hohen
Energiekosten ersparen kann, die bei diesem Ver-
fahren dadurch entstehen, daß der drucklos abdestil-
lierte Methylalkohol wieder auf den hohen Druck,
der in dem Reaktionsgefäß herrscht, gebracht
werden muß, wenn man die aus dem Reaktionsgefäß
austretenden Gase und Dämpfe ohne Entspannung
in einer Destillationskolonne zerlegt, für die als
Rücklauf ein Kondensat verwendet wird, das aus
den Gasen und Dämpfen ohne Entspannung abge-
schieden wurde, und ein Kondensat, das aus den
die Kolonne verlassenden Gasen und Dämpfen ohne
Entspannung abgeschieden wurde, und bzw. oder
die hierbei nicht kondensierten Anteile ganz oder
teilweise dem Reaktionsgefäß wieder zuführt.

2
 Als Rücklauf kann ein Kondensat verwendet werden, das aus den die Destillationskolonne verlassenden Gasen und Dämpfen ohne Entspannung abgeschieden wurde. Neben oder statt dieser Kondensatrückführung kann man auch einen Teil der
 5 unten aus der Kolonne abgezogenen Flüssigkeit, die im wesentlichen aus rohem Isobutylöl besteht, in den unteren Teil der Kolonne als Rücklauf einführen.

Man kann das Verfahren auch in der Weise durchführen, daß man nur einen Teil des aus dem Reaktionsgefäß kommenden Gas-Dampf-Gemisches in die Destillationskolonne einführt, während man aus dem anderen Teil die kondensierbaren Bestandteile in üblicher Weise mit Hilfe von Wärmeaustauschern und Kühlern unter Druck abscheidet und das so
 15 gewonnene, an Methylalkohol reiche Kondensat als zusätzlichen Rücklauf an einer Stelle unterhalb des Kopfes der Destillationskolonne dieser zuführt.

Das Destillationsverfahren nach der Erfindung unterscheidet sich von dem bekannten Verfahren bei der Zerlegung von Gemischen aus Methyl- und Isobutylalkohol nicht nur dadurch, daß unter hohem Druck gearbeitet wird, sondern auch durch den Umstand, daß gleichzeitig neben den kondensierbaren
 25 Bestandteilen erhebliche Mengen nicht kondensierbarer Gase in die Destillationskolonne eingeführt werden. Durch die beschriebene Arbeitsweise werden alle Schwierigkeiten, die hierbei auftreten, überwunden. Die bei der Umsetzung von Kohlenoxyd mit Wasserstoff frei werdende Wärme kann für den
 30 Betrieb der Destillationskolonne ausgenutzt werden.

Die Umsetzung von Kohlenoxyd mit Wasserstoff findet unter den üblichen Temperatur- und Druckbedingungen unter Verwendung der hierfür bekannten
 35 Katalysatoren statt. Das aus dem Reaktionsgefäß austretende Gas-Dampf-Gemisch wird der Destillationskolonne, wie schon erwähnt, ohne Entspannung zugeführt. Die Temperatur dieses Gemisches wird zweckmäßig so eingestellt, daß die Temperatur
 40 der am unteren Ende der Kolonne ablaufenden Flüssigkeit unterhalb der kritischen Temperatur liegt, z. B. bei 200 bis 240°. Die Temperatur am Kopf der Destillationskolonne wird so geregelt, daß sich aus den die Kolonne verlassenden Gasen und
 45 Dämpfen eine für den Rücklauf und für die Rückführung in das Reaktionsgefäß genügende Menge Methylalkohol daraus kondensieren läßt. Sie beträgt in der Regel etwa 180°.

Eine beispielsweise Ausführungsform des Verfahrens sei an Hand der Abbildung erläutert. Ein
 50 Gemisch von Gasen und Dämpfen, das mit einem Druck von etwa 250 at aus dem Reaktionsgefäß (nicht gezeichnet) kommt, wird bei einer Temperatur von etwa 220° in die Destillationskolonne 1 unten eingeführt. Durch Leitung 2 tritt ein Gas-Dampf-Gemisch aus, das in dem Kühler 3 auf etwa
 55 50 bis 60° gekühlt wird. Das sich dabei abscheidende Kondensat sammelt sich in dem Abscheider 4. Ein Teil davon wird durch die Leitung 5 mit Hilfe der Pumpe 6 durch den Vorwärmer 7, dem ein Wärmeaustauscher vorgeschaltet sein kann, oben in die Destillationskolonne zurückgeführt. Dieses
 60 Kondensat, das im wesentlichen aus Methylalkohol

besteht, bildet in der Kolonne 1 den Rücklauf und bewirkt hier eine Fraktionierung des unten ein-
 65 tretenden Gas-Dampf-Gemisches. Bei 8 werden die hochsiedenden Anteile, im wesentlichen Isobutylöl, abgezogen. Sie werden in der üblichen Weise in einer drucklosen Destillationsanlage in ihre Bestandteile zerlegt. Das aus dem Abscheider 4 entweichende
 70 Gas, dessen Methylalkoholgehalt durch entsprechende Einstellung der Temperatur im Kühler 3 und durch Regelung der Kopftemperatur in der Destillationskolonne 1 eingestellt werden kann, wird durch
 75 Leitung 9 dem Reaktionsgefäß zugeführt, wo es zusammen mit Frischgas über den Katalysator strömt. Gleichzeitig mit dieser Maßnahme wird dadurch für den nötigen Methylalkoholgehalt im Reaktionsgefäß gesorgt, daß man einen Teil der im Abscheider
 80 4 abgetrennten Flüssigkeit durch die Leitung 10 dem Reaktionsgefäß zuführt. Um das Trennvermögen in der Kolonne noch weiter zu verbessern, wird ein Teil der bei 8 abgezogenen Flüssigkeit (Isobutylöl mit geringen Mengen Methylalkohol) als
 85 Zwischenrücklauf in den unteren Teil der Kolonne zurückgeführt.

PATENTANSPRUCHE:

1. Verfahren zur Gewinnung von Isobutylalkohol durch katalytische Umsetzung von
 90 Kohlenoxyd mit Wasserstoff bei erhöhter Temperatur und unter Druck, dadurch gekennzeichnet, daß die aus dem Reaktionsgefäß austretenden Gase und Dämpfe ohne Entspannung in einer
 95 Destillationskolonne zerlegt werden, für die als Rücklauf ein Kondensat verwendet wird, das aus den Gasen und Dämpfen ohne Entspannung abgeschieden wurde, und daß ein Kondensat, das aus den die Kolonne verlassenden Gasen und
 100 Dämpfen ohne Entspannung abgeschieden wurde, und bzw. oder die hierbei nicht kondensierten Anteile ganz oder teilweise dem Reaktionsgefäß wieder zugeführt werden.
2. Verfahren nach Anspruch 1, dadurch gekennzeichnet, daß ein Kondensat, das aus den
 105 die Destillationskolonne verlassenden Gasen und Dämpfen ohne Entspannung abgeschieden wurde, teils als Rücklauf in die Kolonne, teils in das Reaktionsgefäß zurückgeführt wird.
3. Verfahren nach Anspruch 1 und 2, dadurch gekennzeichnet, daß die Temperatur des in die
 110 Destillationskolonne einzuführenden Gemisches so gewählt wird, daß die Austrittstemperatur der Flüssigkeit am unteren Kolonnenende unter der kritischen Temperatur liegt.
4. Verfahren nach Ansprüchen 1 bis 3, dadurch gekennzeichnet, daß die Temperatur am
 115 Kopf der Kolonne so geregelt wird, daß eine für den Rücklauf in der Kolonne und bzw. oder für die Rückführung in das Reaktionsgefäß genügende Menge Methylalkohol kondensiert
 120 wird.
5. Verfahren nach Ansprüchen 1 bis 4, dadurch gekennzeichnet, daß ein Teil des aus dem
 125 unteren Ende der Destillationskolonne austretenden Isobutylöls als Zwischenrücklauf in

den unteren Teil der Kolonne zurückgeführt wird.

5 6. Verfahren nach Ansprüchen 1 bis 5, dadurch gekennzeichnet, daß man von den aus dem Reaktionsgefäß austretenden Gasen und Dämpfen nur einen Teil in die Destillationskolonne

10 einführt und nach Anspruch 1 weiterbehandelt, während man aus dem anderen Teil ein an Methylalkohol reiches Kondensat abscheidet, das als zusätzlicher Rücklauf ohne vorherige Entspannung in die Destillationskolonne unterhalb des Kopfes eingeführt wird.

Hierzu 1 Blatt Zeichnungen

