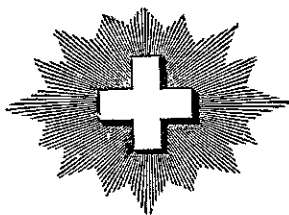


SCHWEIZERISCHE EidGENOSSENSCHAFT

EidGEN. AMT FÜR



GEISTIGES EIGENTUM

PATENTSCHRIFT

Veröffentlicht am 16. Januar 1930

1524

Gesuch eingereicht: 31. Januar 1928, 18¼ Uhr. — Patent eingetragen: 15. November 1929.

HAUPTPATENT

I. G. FARBENINDUSTRIE AKTIENGESELLSCHAFT, Frankfurt a. M.
(Deutschland).

Verfahren zum Reinigen von aus Kohlenoxyd und Wasserstoff hergestellten
synthetischen Produkten.

Die aus Kohlenoxyden und Wasserstoff synthetisch dargestellten Produkte, wie Methanol, Isobutylalkohol und andere, besitzen mitunter einen eigenartigen, unangenehmen Geruch, der durch geringe Mengen verschiedenartiger Fremdstoffen verursacht wird. Diese Verunreinigungen verhindern gewöhnlich die Reinigung der synthetischen Produkte und ihrer Destillationsfraktionen derart, daß die zum Beispiel für Holzgeist üblichen Reinigungsmethoden, wie zum Beispiel fraktionierte Destillation, in einem Kolonnenapparat meistens nicht genügen, um ein hochwertiges Produkt in bezug auf Siedepunkt, Permanganatbeständigkeit, Geruch etc. herzustellen.

Gegenstand der vorliegenden Erfindung ist ein Verfahren zur Reinigung der aus Kohlenoxyd und Wasserstoff hergestellten synthetischen Produkte, dadurch gekennzeichnet, daß man diese synthetischen Produkte mit Oxydationsmitteln behandelt und

rektifiziert. Man kann das synthetische Produkt vor der Rektifikation mit Wasser verdünnen und die Behandlung mit Oxydationsmitteln vor, während oder nach der fraktionierten Destillation ausführen. Die Mengen der hierzu erforderlichen Oxydationsmittel sind sehr gering. Es ist nicht erforderlich, so viel Oxydationsmittel, wie zum Beispiel Permanganat anzuwenden, bis alle bei gewöhnlicher Temperatur oxydablen Substanzen zerstört sind, sondern es genügt, zum Beispiel ein Zusatz von nur 0,1 bis 0,3 % Permanganat auf das Rohprodukt bezogen, um die Qualität desselben sehr wesentlich zu verbessern. Die Behandlung ist eine denkbar einfache. Man löst die erforderlichen Mengen Kaliumpermanganat oder eines andern Oxydationsmittels wie Wasserstoffsperoxyd, eines Persulfates, Perborates, Perkarbonates, Hypohalogenids und dergleichen in Wasser und verrührt das synthetische Rohprodukt oder seine Destillations-

fraktionen allmählich mit dieser Lösung. Die reinigende Wirkung tritt sofort ein.

Bei der Destillation ist die Zugabe von andern Reinigungsmitteln, wie zum Beispiel Natronlauge, Natriumbisulfit, Oxalsäure zu der zu destillierenden Flüssigkeit vielfach sehr zweckmäßig. Ferner ist eine Behandlung der Rohprodukte oder deren Fraktionen mit Reinigungsmitteln, wie zum Beispiel Bleicherde, Entfärbungskohle, aktive Kohle, Silika-Gel und ähnlichen aktiven Reinigungsmassen von großem Vorteil.

Bei besonders unreinen Produkten hat es sich auch noch als vorteilhaft erwiesen, das synthetische Produkt oder seine Destillationsfraktionen nach der Behandlung mit Oxydationsmitteln mit geringen Mengen (zirka 0,3 bis 0,5 %, auf das Rohprodukt bezogen) organischer Basen wie zum Beispiel Phenylendiamin, Toluylendiamin, Aminophenolen, Phenylhydrazin etc., zu versetzen. Durch die Nachbehandlung mit organischen Basen wird die reinigende Wirkung der Oxydationsmittel erhöht.

Beispiel:

In einem Rührwerkessel werden 20.000 kg Methanol bei gewöhnlicher Temperatur unter Rühren mit einer Lösung von 30 kg Kaliumpermanganat in Wasser allmählich (innerhalb zirka 1 Stunde) versetzt und die Mischung darauf in einem gewöhnlichen Kolonnenapparat auf bekannte Art mit oder ohne Zusatz von Wasser und von organischen Basen fraktioniert.

Das mit Kaliumpermanganat vorbehandelte Rohmethanol gibt bei der Destillation, wie bereits oben erwähnt, höhere Ausbeute an Reinmethanol und ein bedeutend reineres Endprodukt als ohne chemische Vorreinigung mit Permanganat.

In Fällen, wo das Rohprodukt außer den oben erwähnten Verunreinigungen auch noch Ammoniak oder organische Basen enthält, wird es zur Bindung derselben neben der Behandlung mit Oxydationsmitteln noch mit Metallhalogeniden (mit Ausnahme von Alkalihalogeniden) oder Lösungen solcher.

wie zum Beispiel Chlorzink, versetzt und dann destilliert.

Hierbei werden Produkte gewonnen, die vollkommen frei von Ammoniak und organischen Basen sind. Die Menge des Metallhalogenids richtet sich nach dem Gehalt an Verunreinigungen.

PATENTANSPRUCH:

Verfahren zum Reinigen von aus Kohlenoxyd und Wasserstoff hergestellten synthetischen Produkten, dadurch gekennzeichnet, daß man diese synthetischen Produkte mit Oxydationsmitteln behandelt und rektifiziert.

UNTERANSPRÜCHE:

1. Verfahren nach Patentanspruch, dadurch gekennzeichnet, daß man die aus Kohlenoxyd und Wasserstoff hergestellten synthetischen Produkte vor der Behandlung mit Oxydationsmitteln mit Wasser verdünnt.
2. Verfahren nach Patentanspruch, dadurch gekennzeichnet, daß man die aus Kohlenoxyd und Wasserstoff hergestellten synthetischen Produkte nach der Behandlung mit Oxydationsmitteln mit geringen Mengen organischer Basen versetzt und dann destilliert.
3. Verfahren nach Patentanspruch, dadurch gekennzeichnet, daß man die aus Kohlenoxyd und Wasserstoff hergestellten synthetischen Produkte außer mit Oxydationsmitteln noch mit aktiven Reinigungsmassen behandelt und dann destilliert.
4. Verfahren nach Patentanspruch, dadurch gekennzeichnet, daß man die aus Kohlenoxyd und Wasserstoff hergestellten synthetischen Produkte noch mit Metallhalogeniden versetzt und destilliert.
5. Verfahren nach Patentanspruch, dadurch gekennzeichnet, daß man die mit Oxydationsmitteln behandelten synthetischen Produkte unter Zusatz von Alkalien destilliert.
6. Verfahren nach Patentanspruch, dadurch gekennzeichnet, daß die Behandlung mit

- Oxydationsmitteln vor der Rektifikation vorgenommen wird.
7. Verfahren nach Patentanspruch, dadurch gekennzeichnet, daß die Behandlung mit Oxydationsmitteln während der Rektifikation vorgenommen wird.
 8. Verfahren nach Patentanspruch, dadurch gekennzeichnet, daß die Behandlung mit Oxydationsmitteln nach der Rektifikation vorgenommen wird.

I. G. FARBENINDUSTRIE
AKTIENGESELLSCHAFT.

Vertreter: E. BLUM & Co., Zürich.