

Angehender:
H. Heesinkh.
H. Fochinke.

Eigene Besondere ausg.

3046-16
301402

I. G. FARBENINDUSTRIE AKTIENGESELLSCHAFT

I 76 787 IVd/23b

1. Die ...
2. ...
3. ...

Unser Zeichen: O.Z. 14 451 Rh/T
Ludwigshafen a. Rh., den 2. Nov. 1943.

160000212

Verfahren zur Abtrennung aromatischer Kohlenwasserstoffe aus Gemischen.

Es ist bekannt, dass man Gemische von aromatischen Kohlenwasserstoffen mit anderen, insbesondere aliphatischen Kohlenwasserstoffen dadurch zerlegen kann, dass man sie mit selektiven Lösungsmitteln behandelt. In den dabei erhaltenen Schichten sind die zu gewinnenden Kohlenwasserstoffe angereichert. Es gelingt jedoch in der Regel nicht, die Stoffe, z.B. aromatische Kohlenwasserstoffe, auf diese Weise rein zu gewinnen.

Um eine weitergehende Reinigung aromatischer Kohlenwasserstoffe zu erzielen, hat man schon vorgeschlagen, die sie enthaltenden Gemische in Gegenwart von Flüssigkeiten, die mit den nichtaromatischen Kohlenwasserstoffen azeotrope Gemische bilden, einer rektifizierenden Destillation zu unterwerfen. So kann man z.B. den mit Hilfe von flüssigem Schwefeldioxyd erhaltenen, an aromatischen Kohlenwasserstoffen angereicherten Extrakt nach Entfernung des Extraktionsmittels zusammen mit Methanol rektifizierend destillieren und so reine aromatische Kohlenwasserstoffe erhalten.

Es wurde nun gefunden, dass man die Zerlegung von Kohlenwasserstoffgemischen zur Gewinnung reiner aromatischer Kohlenwasserstoffe wesentlich vereinfachen kann, wenn man die Gemische mit solchen selektiven Lösungsmitteln extrahiert, die mit den nichtaromatischen Kohlenwasserstoffen azeotrope Gemische bilden, und den Extrakt ohne Abtrennung des Extraktionsmittels rektifizierend destilliert.

Der gleichzeitig als Extraktionsmittel wie als Destillationshilfsmittel in Frage kommende Stoff lässt sich durch Vorversuche leicht ermitteln. Vielfach eignen sich dafür die für die Extraktion üblichen selektiven Lösungsmittel. Zur Gewinnung von reinem Toluol und Xylol verwendet man z.B. Methanol, Acetonitril oder verflüssigtes Schwefeldioxyd. Diese Stoffe haben sowohl ein

Bleitzahl D₂₀ 087901 -
Toluol D₂₀ 0,882
Xylol D₂₀ 0,856
D₂₀ 0,848

hohes Extraktionsvermögen für aromatische Kohlenwasserstoffe als auch die Eigenschaft, mit den dem Toluol oder Xylol beigemischten aliphatischen Kohlenwasserstoffen azeotrope Gemische zu bilden, die eine praktisch restlose Abtrennung der unerwünschten Kohlenwasserstoffe von den aromatischen ermöglichen.

Das bei der rektifizierenden Destillation erhaltene Gemisch von Lösungsmittel und nichtaromatischen Kohlenwasserstoffen kann entweder durch Auswaschen mit Wasser, z.B. wenn Methanol als Extraktionsmittel diene, oder durch Kühlung des Destillats, wobei sich zwei Schichten bilden, z.B. bei der Verwendung von verflüssigtem Schwefeldioxyd oder Acetonitril als Extraktionsmittel, in seine Bestandteile zerlegt werden. Das abgetrennte Extraktionsmittel wird zweckmässig zum Teil als Rücklauf in die Destillationskolonne zurückgeführt, zum Teil erneut für die Extraktion von Kohlenwasserstoffgemischen verwendet.

Die Extraktion sowie die azeotrope Destillation können diskontinuierlich oder kontinuierlich durchgeführt werden. Man arbeitet bei der Extraktion zweckmässig bei tiefen Temperaturen mit oder ohne Temperaturgefälle unter Verwendung von Gegenstromkolonnen, insbesondere von Glockenboden- oder Füllkörperkolonnen. Zur Kühlung des bei der Rektifikation erhaltenen Destillats wird zweckmässig die kalte Extraktlösung verwendet.

Das Verfahren eignet sich besonders zur Gewinnung von reinem Toluol und Xylol. Dabei ist es zweckmässig, aus dem zu zerlegenden Kohlenwasserstoffgemisch zunächst entsprechende enge Fraktionen, z.B. für Toluol von 100 bis 115° oder für Xylol von 130 bis 145°, herauszuschneiden und diese dann in der angegebenen Weise zu extrahieren.

Bei den in den folgenden Beispielen angegebenen Mengen handelt es sich um Raumteile.

Beispiel 1.

1700 Teile einer zwischen 100 und 115° siedenden Kohlenwasserstoffmischung mit 65 % aromatischen Kohlenwasserstoffen (D_{20} : 0,811) werden mit einem Gemisch aus 1675 Teilen Methanol und 170 Teilen Wasser unter Rühren bei -33° extrahiert. Nach

dem Absitzenlassen erhält man als Oberschicht 1445 Teile Flüssigkeit (D_{20} : 0,804) mit 61 % aromatischen und 39 % aliphatischen Kohlenwasserstoffen, die zweckmässig in die Extraktionsvorrichtung zurückgeführt werden.

Die 2100 Teile betragende Unterschicht wird ohne Abtrennung des darin enthaltenen Methanols rektifizierend destilliert.

Man erhält

1) von 56 bis 64°: 300 Teile Destillat, bestehend aus 226 Teilen Methanol und 74 Teilen Kohlenwasserstoffmischung mit 46 % aromatischen Kohlenwasserstoffen.

2) von 64 bis 64,5°: 900 Teile Destillat, bestehend aus 674 Teilen Methanol und 226 Teilen 100 %igem Toluol (D_{20} : 0,864).

Der Rückstand (900 Teile) besteht aus wässrigem Methanol. Aus der zweiten Fraktion wird das Methanol durch Ausschütteln mit Wasser entfernt und zusammen mit der ersten Fraktion und dem Rückstand erneut zur Extraktion von Kohlenwasserstoffgemischen verwendet. Durch mehrfache Wiederholung dieser Arbeitsweise oder durch kontinuierliche Extraktion und Destillation erhält man etwa 90 % des in der Ausgangsmischung enthaltenen Toluols in 100 %iger Reinheit.

Beispiel 2.

530 Teile einer von 100 bis 115° siedenden Kohlenwasserstoffmischung mit 65 % aromatischen Kohlenwasserstoffen (D_{20} : 0,811) werden mit 440 Teilen Acetonitril bei -35° extrahiert. Nach dem Absitzenlassen erhält man 220 Teile Oberschicht und 750 Teile Unterschicht. Die Oberschicht besteht aus einem Kohlenwasserstoffgemisch mit 38 % aromatischen Kohlenwasserstoffen und enthält nur Spuren Acetonitril. Die Unterschicht ergibt bei der rektifizierenden Destillation

1) von 62 bis 80°: 222 Teile Destillat, bestehend aus 130 Teilen Acetonitril und 92 Teilen Kohlenwasserstoffgemisch mit 39 % aromatischen Kohlenwasserstoffen.

2) von 80 bis 110,5, vorwiegend bei 81°: 373 Teile Destillat, bestehend aus 290 Teilen Acetonitril und 83 Teilen reinem Toluol (D_{20} : 0,864).

3) bei 110,5°: 155 Teile reines Toluol (D_{20} : 0,865).

Aus der zweiten Fraktion wird das Acetonitril durch Ausschütteln mit Wasser abgetrennt. Die Ausbeute an reinem Toluol

beträgt, bezogen auf die angewandten aromatischen Kohlenwasserstoffe, 68 %.

Beispiel 3.

550 Teile eines bei der Kokerei erhaltenen Xylols (D_{20} : 0,829, Siedebereich 120 bis 143°, Zusammensetzung: 26 % paraffinische, 11,5 % olefinische und 62,5 % aromatische Kohlenwasserstoffe) werden mit 535 Teilen Acetonitril bei -35° extrahiert. Die 245 Teile betragende Oberschicht, die 46,5 % paraffinische, 18,5 % olefinische und 35 % aromatische Kohlenwasserstoffe neben Spuren von Acetonitril enthält, wird in die Extraktionsvorrichtung zurückgeführt. Die Unterschicht (840 Teile) ergibt bei der rektifizierenden Destillation

1) von 72 bis 80,5°: 130 Teile Destillat, bestehend aus 95 Teilen Acetonitril und 35 Teilen Kohlenwasserstoffgemisch (68 % paraffinische, 31 % olefinische und 1 % aromatische Kohlenwasserstoffe).

2) von 80,5 bis 137°, vorwiegend bei 82°: 490 Teile Destillat, bestehend aus 440 Teilen Acetonitril und 50 Teilen Kohlenwasserstoffgemisch (20 % paraffinische, 18 % olefinische und 62 % aromatische Kohlenwasserstoffe).

3) von 137 bis 141°: 220 Teile Destillat, bestehend aus 98,7 % Xylol und 1,3 % Olefinen.

Die zweite Fraktion wird in die Extraktionsvorrichtung zurückgeführt.

Patentanspruch.

Verfahren zur Gewinnung reiner aromatischer Kohlenwasserstoffe aus Gemischen mit nichtaromatischen Kohlenwasserstoffen durch Extraktion mit selektiven Lösungsmitteln, dadurch gekennzeichnet, dass man als Extraktionsmittel einen Stoff verwendet, der mit den nichtaromatischen Kohlenwasserstoffen azeotrope Gemische bildet, und den Extrakt ohne Abtrennung des Extraktionsmittels rektifizierend destilliert.

I. G. FARBENINDUSTRIE AKTIENGESELLSCHAFT