

8. Jan. 1944

Eigene Anmeldung

G. FARBENINDUSTRIE AKTIENGESELLSCHAFT

46-137
30/4/02

I 46 503 IVd/120

150000183

Erfinder:
W. Geiseler

Unser Zeichen : O.Z.14 523

Ludwigshafen a.Rh., 21. Dezember 1943 J/Zi.

Abgemacht durch

Verfahren zur Gewinnung organischer Verbindungen.

Es wurde schon vorgeschlagen, aliphatische Fettsäuren aus Gemischen mit Kohlenwasserstoffen durch Adsorption an oberflächenaktiven Stoffen von der Aft der Kieselgele, der aktiven Kohlen und der Bleicherden zu isolieren. Neuere Beobachtungen haben gezeigt, daß man in entsprechender Weise Alkohole, Ketone, Ester, Amine, Hydroxylamine, Mercaptane und andere von Kohlenwasserstoffen verschiedene organische Verbindungen, insbesondere solche mit starkem Assoziationsgrad, aus Gemischen mit Kohlenwasserstoffen abtrennen kann. Man behandelt dabei die Gemische im flüssigen Zustand, gegebenenfalls nach Verdünnung mit geeigneten Lösungsmitteln, mit den oberflächenaktiven Stoffen, trennt von diesen durch Waschen mit Petroläther oder leichtsiedenden Benzinen die Kohlenwasserstoffe ab und entfernt darauf durch Behandeln mit geeigneten Lösungsmitteln die adsorbierten organischen Stoffe vom Adsorptionsmittel. Verfahren dieser Art sind in dem Patent.....(Anm.I.72 813 IVd/120 vom 23.Juli 1942) und im Zusatzpatent hierzu Nr.(Anm.I.73 795 IVd/120 vom 9.Dezember 1942) sowie in den Patentenund.....(Anmeldungen I..... und I..... vom 20.Dezember 1943 (unsere Zeichen OZ.14 521 und 14 522)) beschrieben.

Es wurde nun gefunden, daß man die adsorbierten Stoffe auch mit Wasser entfernen kann. Zweckmässig verwendet man dabei soviel Wasser, daß die Oberfläche des Adsorptionsmittels in ausreichendem Maße mit Wasser in Berührung kommt und die dabei von der Oberfläche verdrängten organischen Stoffe herausgeschwemmt werden. Hierzu kann man das Wasser so lange im Kreislauf von unten nach oben durch das Adsorptionsmittel schicken, bis die abzutrennende organische Flüssigkeit entfernt ist, und darauf mit frischem Wasser nachwaschen, um das Adsorptionsmittel von den letzten Resten des adsorbierten Stoffes zu befreien. Man kann die abgetrennte organische Flüssigkeit aber auch schon während des Kreislaufs mehr oder weniger voll-

ständig von dem Wasser abtrennen, bevor man dieses zum Adsorptionsmittel zurückleitet. Liegt die Erstarrungstemperatur der adsorbierten organischen Flüssigkeit oberhalb der Zimmertemperatur, so verwendet man zweckmässig so stark erwärmtes Wasser, daß sie nicht fest wird. Der Vorteil der Abtrennung mit Wasser liegt darin, daß die meisten organischen Verbindungen sich nicht oder nur wenig in Wasser lösen, also nach der Abtrennung sehr einfach vom Wasser entfernt werden können.

Es wird somit die Energie gespart, die bei den eingangs beschriebenen Verfahren aufgebracht werden muß, um die von dem Adsorptionsmittel entfernten organischen Verbindungen von ihrem Lösungsmittel zu befreien. In vielen Fällen verwendet man vorteilhaft anstelle reinen Wassers ein Gemisch von Wasser mit einer organischen Flüssigkeit, z.B. mit Methanol, Äthanol, Aceton, Dioxan oder dergl. mit Wasser.

Nachdem das Adsorptionsmittel durch das als Verdrängungsmittel verwendete Wasser oder die wässrige Lösung vom adsorbierten Stoff befreit ist, wird es zur erneuten Benutzung geeignet gemacht. Anhaftendes Wasser kann man entfernen, indem man das Adsorptionsmittel erwärmt oder ein warmes oder heißes Gas, z.B. Luft, Stickstoff oder Wasserstoff darüber leitet.

Für das Verfahren besonders geeignete Adsorptionsmittel sind aktive Gele, vor allem Kieselgel. Aber auch andere Adsorptionsmittel, wie Aktivkohle, Bleicherden, Aluminiumoxyd usw. kommen in Betracht.

Beispiel 1.

12 Gewichtsteile einer zwischen 180 und 230° siedenden, 40 % Alkohole neben Kohlenwasserstoffen enthaltenden Fraktion eines bei der Kohlenoxydhydrierung erhaltenen Erzeugnisses werden nach Verdünnung mit der doppelten Menge Petroläther mit 25 Gewichtsteilen eines weitporigen Kieselgels in Berührung gebracht. Das Gel wird zur Entfernung der Kohlenwasserstoffe mit Petroläther gewaschen und anschließend mit kaltem Wasser mehrmals gut ausgeschüttelt. Aus dem abfließenden Wasser scheidet sich eine Schicht ab, die getrocknet 3,1 Gewichtsteile mit 97 % Gehalt an Alkoholen beträgt.

Beispiel 2.

10 Gewichtsteile einer zwischen 300 und 350° siedenden, 45 % Alkohole neben Kohlenwasserstoffen enthaltenden Fraktion eines durch Kohlenoxydhydrierung hergestellten Erzeugnisses werden mit dem gleichen Volumen Petroläther verdünnt und wie im Beispiel 1

mit 25 Gewichtsteilen Kieselgel behandelt. Darauf wird das Gel mit Petroläther gewaschen und anschliessend mit 60-80° warmem Wasser gut geschüttelt. Das vom Wasser sich abscheidende Öl wird getrocknet; man erhält 3,9 Gewichtsteile mit 98 % Alkoholgehalt.

Patentanspruch.

Verfahren zur Abtrennung organischer Verbindungen aus Gemischen mit Kohlenwasserstoffen, durch Behandlung der Gemische im flüssigen oder gelösten Zustand mit adsorbierend wirkenden Stoffen, vorzugsweise aktiven Gelen, dadurch gekennzeichnet, daß man die adsorbierten organischen Verbindungen mit Wasser oder wässrigen Gemischen entfernt.

L.G.FARBENINDUSTRIE AKTIENGESELLSCHAFT,