

15. Nov. 1943

Eigene Anmeldung 160000216
Mitteilung

I.G. FARBENINDUSTRIE AKTIENGESELLSCHAFT
Patentabteilung

3046-16-11
30/4.020

Erfinder:

W. Koloff.

~~W. Koloff.~~

W. Koloff.

7 76 234-IVc/170.

Unser Zeichen: O.Z. 14464.

Ludwigshafen/Rh., 9. November 1943
St/Sp.

Verfahren zur Reinigung nichtwässriger Flüssigkeiten.

Es ist bekannt, dass man aus wässrigen Salzlösungen die darin enthaltenen Salze, wie Calcium-, Magnesium-, Mangan- oder Eisensalze, durch Behandeln mit anorganischen oder organischen Kationenaustauschern, wie natürlich vorkommenden Zeoliten oder künstlich hergestellten, ihnen im Aufbau ähnlichen Permutiten sowie mit gewissen Kationenaustauschern auf Kunstharzbasis, entfernen kann. Von dieser Austauschfähigkeit der genannten Stoffe wird bekanntlich in der Wasserreinigungstechnik zur Enthärtung des Wassers weitgehend Gebrauch gemacht. Mit bestimmten Arten der erwähnten Kunstharze kann man auch säurehaltige wässrige Flüssigkeiten entsäuern oder alkalisch reagierende wässrige Flüssigkeiten von ihrem Gehalt an basisch wirkenden Stoffen befreien. In allen diesen Fällen handelt es sich ausschliesslich um die Reinigung von wässrigen Flüssigkeiten, in denen die zu entfernenden Verbindungen, wie Salze, Säuren oder Basen, mehr oder weniger stark dissoziiert sind.

Es wurde nun gefunden, dass man mit Kationenaustauschern auf Kohle- oder Kunstharzbasis, wie sulfoniertem Anthrazit oder Phenol-Formaldehyd-Harzen, basisch reagierende gelöste Stoffe, insbesondere Ammoniak oder Amine, auch aus nichtwässrigen Flüssigkeiten entfernen kann.

Als nichtwässrige Flüssigkeiten kommen alle bei der Arbeitstemperatur flüssigen nichtbasischen organischen Verbindungen in Betracht, wie Kohlenwasserstoffe und ihre Substitutionsprodukte, z.B. Hexan, Heptan, Tetrachlorkohlenstoff oder Trichloräthylen usw., ferner Alkohole, Äther, Ester, Aldehyde, Acetale, Ketone, Nitrile, aromatische Kohlenwasserstoffe, wie Benzol, Toluol oder Xylol, ferner Chlorbenzol oder Nitrotoluol. Auch Tetra- oder Dekahydronaphtha-

lin, Cumol, Pinen, sowie heterocyclische Verbindungen, wie Thio-phen, Furan oder Dioxan, sind geeignet. Auch Gemische der vor-
genannten Stoffe können verwendet werden. Die zu reinigenden
Flüssigkeiten können entweder vollkommen wasserfrei sein oder
auch kleine Mengen Wasser enthalten. Sie können ferner andere
als Lösungsvermittler wirkende Stoffe enthalten, die eine Lö-
sung von bestimmten basischen Stoffen in an sich nicht zur
Lösung dieser Stoffe befähigten Flüssigkeiten zustande bringen.

Die basisch reagierenden Stoffe, die aus den nicht-
wässrigen Flüssigkeiten entfernt werden sollen, können anorga-
nischer oder organischer Natur sein, insbesondere kommen Ammo-
niak und Amine in Betracht. Grundsätzlich kann das Verfahren
aber zur Entfernung von allen basisch reagierenden Stoffen
dienen, die mit den gleichen Kunstharzen auch aus wässrigen
Lösungen entfernt werden können.

Die Reinigung der nichtwässrigen Flüssigkeiten mit
Hilfe der erwähnten Kunstharze kann in der für die entspre-
chende Reinigung wässriger Flüssigkeiten bekannten Weise vor-
genommen werden. Beispielsweise kann man die zu behandelnde
Flüssigkeit mit dem Kunstharz, das in Pulverform oder gekörnt
angewandt werden kann, verrühren. Man kann die Flüssigkeit
aber auch durch eine in einem turmförmigen Behälter angeord-
nete Schicht des Kunstharzes entweder von unten nach oben
~~oder von oben nach unten hindurchfliessen lassen~~, wobei das
Kunstharz etwa als Filter für die zu entfernenden basischen
Stoffe wirkt. Die höchstmögliche Strömungsgeschwindigkeit der
zu reinigenden Lösung richtet sich bei der zuletzt genannten
Arbeitsweise nach der Aufnahmegeschwindigkeit der Filter-
schicht für den zu entfernenden Stoff. Dieses Durchströmungs-
verfahren eignet sich besonders für die fortlaufende Arbeits-
weise. Dabei verwendet man vorteilhaft zwei oder mehr Filter,
die wechselweise benutzt werden, sodass jeweils ein Teil der
Reinigung der nichtwässrigen Flüssigkeit dient, während ein
anderer Teil wiederbelebt wird. Das Verfahren lässt sich bei
gewöhnlicher oder erniedrigter Temperatur und bei gewöhnli-
chem, ermäßigtem oder erhöhtem Druck ausführen.

Ist die Aufnahmefähigkeit der Kunstharzschicht er-
schöpft, was man durch eine Analyse der aus ihr austreten-
den Flüssigkeit leicht feststellen kann, dann kann die Fül-

lung wiederbelebt werden. Dies kann ebenfalls in der bei der Behandlung von wässrigen Lösungen bekannten Weise geschehen, indem man sie mit sauer reagierenden Flüssigkeiten behandelt. Die Wirksamkeit des Kunstharzes kann so immer wieder hergestellt werden und das Harz bleibt lange Zeit brauchbar.

Neben den basisch reagierenden Stoffen werden aus den nichtwässrigen Flüssigkeiten oft auch färbende Bestandteile entfernt, was in vielen Fällen erwünscht ist und eine zweite Reinigungsmassnahme erspart.

Es war überraschend, dass mit Kationenaustauschern auf Kunstharzbasis die basisch reagierenden Stoffe auch aus nichtwässrigen Flüssigkeiten entfernt werden können, da diese darin nicht oder sehr wenig dissoziiert sind.

Beispiel 1:

In einem Rührbehälter werden 600 Gewichtsteile Methanol, das im Liter 2,5 mg Ammoniak enthält, mit 20 Gewichtsteilen eines alkalibindenden Phenol-Formaldehyd-Kunstharzes eine halbe Stunde lang bei gewöhnlicher Temperatur kräftig verrührt, dann lässt man absitzen und filtriert. Mit dem zurückbleibenden Kunstharz werden nun wiederholt so lange jeweils 600 Gewichtsteile ammoniakhaltiges Methanol behandelt, bis keine nennenswerte Abnahme des Ammoniakgehaltes des Methanols mehr stattfindet. Auf diese Weise können mit 20 Gewichtsteilen Kunstharz 45000 Gewichtsteile Methanol vollständig von Ammoniak befreit werden, d.h. 1 Gewichtsteil Kunstharz reicht zur Reinigung von über 2000 Gewichtsteilen ammoniakhaltigem Methanol aus. Durch die Behandlung wird das stark gelb gefärbte Methanol überdies vollkommen farblos.

Beispiel 2:

In einem turmförmigen Gefäß wird eine Schicht von 1 Liter des in Beispiel 1 verwendeten gekörnten Kunstharzes angeordnet. Durch diese Schicht lässt man stündlich 5 Liter Methanol, das im Liter zwischen 30 und 140 mg Ammoniak und Amine (berechnet als Ammoniak) enthält, von unten nach oben durchfließen. Sobald in dem aus dem Behälter austretenden Methanol der Gehalt an Ammoniak bzw. Aminen auf 10 mg ansteigt, wird auf ein frisches Filter umgeschaltet.

Zur Regenerierung des ersten Filters wird das Methanol zunächst mit destilliertem Wasser verdrängt. Sodann werden 3 Liter

7,5%ige Salzsäure in 3 Anteilen von je 1 Liter hindurchgeleitet, wobei nach jedem durchgeflossenen Liter 15 Minuten lang unterbrochen wird. Darauf wird das Filter mit Wasser gespült, bis keine Salzsäure mehr nachweisbar ist.

Auf diese Weise kann ein Filter sechs Mal beladen und regeneriert werden, ohne dass die Wirksamkeit sich verringert. Je Beladung werden von dem Filter etwa 10 g Ammoniak oder Amine aufgenommen.

Beispiel 3:

In einem turmförmigen Gefäß werden 10 Liter (Schichthöhe 1 m) des in Beispiel 1 verwendeten Kunstharzes angeordnet. Durch diese Schicht werden je Stunde 40 Liter Benzol, das im Liter 1 g Isoamylamin enthält, geleitet. Der Amingehalt des Benzols sinkt bei einmaligem Durchgang auf 7 bis 8 mg Isoamylamin je Liter.

Patentanspruch:

~~Verfahren zur Entfernung basisch reagierender gelöster~~
Stoffe aus nichtwässrigen Flüssigkeiten oder Flüssigkeitsgemischen, dadurch gekennzeichnet, dass man die Lösungen mit Kationenaustauschern auf Kohle- oder Kunstharzbasis behandelt.

I.G. FARBENINDUSTRIE AKTIENGESELLSCHAFT