



AUSGEGEBEN AM
24. FEBRUAR 1930

REICHSPATENTAMT
PATENTSCHRIFT

3286

№ 492 245

KLASSE 12^o GRUPPE 5B 120413 IVa/12^{oo}

Tag der Bekanntmachung über die Erteilung des Patents: 6. Februar 1930

I. G. Farbenindustrie Akt.-Ges. in Frankfurt a. M. *)

Verfahren zur Reinigung von sauerstoffhaltigen organischen Verbindungen

Patentiert im Deutschen Reiche vom 19. Juni 1925 ab

Bei der katalytischen Vereinigung von Kohlenoxyden und Wasserstoff werden unter bestimmten Bedingungen höhere Alkohole mit vier und mehr Kohlenstoffatomen, neben ungesättigten Alkoholen, Aldehyden, Ketonen und anderen Körpern, wie Säureester usw., erhalten. Diese Produkte sind häufig gefärbt und besitzen einen unangenehmen Geruch.

Es wurde nun gefunden, daß man diese Produkte schnell und einfach in wasserhelle, nicht nachdunkelnde, nur noch schwach riechende Öle überführen kann, wenn man sie einer katalytischen Hydrierung in gasförmigem Zustande unterwirft. Hierbei erhält man im wesentlichen als Reaktionsprodukte Alkohole, deren Trennung z. B. durch fraktionierte Destillation weit einfacher gelingt als mit dem ursprünglichen Gemisch, da dieses neben den Alkoholen noch Aldehyde und Ketone enthält, die zum Teil sehr schwer trennbare Fraktionen liefern. Man kann die Hydrierung nicht nur mit dem Rohprodukt, sondern auch mit dessen Fraktionen ausführen, wobei häufig die über 150° siedenden Anteile diejenigen Substanzen enthalten, die die Braunfärbung hervorrufen und den schlechten Geruch bewirken.

Bei der Hydrierung arbeitet man zweckmäßig bei mäßigen Temperaturen, d. h. bei Temperaturen zwischen 100 bis 180°. Es ist

insbesondere bei solchen Ölen, deren Siedepunkt oberhalb 200° liegt, vorteilhaft, bei Temperaturen zu arbeiten, die unterhalb ihres Siedepunktes liegen, da dann eine Reinigung in der beabsichtigten Weise leicht gelingt.

Als Katalysatoren sind die für Hydrierungen üblichen, wie Nickel, Kobalt, Kupfer, Platin für sich oder in Mischung, mit oder ohne Träger, mit oder ohne Aktivatoren, geeignet.

Beispiel:

Über eine Kontaktmasse, die aus 100 Teilen gekörntem Bimsstein, 9 Teilen Nickelcarbonat und 1 Teil Kupfercarbonat besteht, die mit 9 Teilen Wasserglas und Wasser angeteigt und bei 300 bis 320° reduziert wurde, leitet man bei etwa 150 bis 170° ein Gemisch der Dämpfe eines bei etwa 190 bis 250° siedenden Gemisches höherer, durch katalytische Reduktion von Kohlenoxyden mit Wasserstoff entstandener Verbindungen mit Wasserstoff; in diesem Gasgemisch beträgt das Volumenverhältnis der organischen Dämpfe zu Wasserstoff etwa 2 zu 98. Die den Kontaktöfen verlassenden Gase werden abgekühlt. Man erhält ein vollkommen helles, nur noch schwach amylnkoholartig riechendes Öl.

*) Von dem Patentsucher sind als die Erfinder angegeben worden:

Dr. Otto Schmidt und Dr. Karl Seydel in Ludwigshafen a. Rh.

Man kann die zu hydrierenden Öle auch einer Vorreinigung unterwerfen, indem man sie beispielsweise mit etwa 10% einer körnigen Kieselsäuremasse bei 90° etwa 1 Stunde verrührt und dann filtriert; auch eine Vorreinigung mit Natronlauge ist u. U. vorteilhaft.

Beispiel 2

10 Über eine Kontaktmasse, die aus 100 Teilen gekörntem Bimsstein, 9 Teilen Nickelcarbonat und 3,6 Teilen Aluminiumhydroxyd besteht, die mit 9 Teilen Wasserglas unter Zusatz von Wasser angeteigt und bei 300 bis 15 320° reduziert wurde, leitet man bei etwa 130 bis 140° ein Gemisch der Dämpfe eines zwischen 80 und 250° siedenden Gemisches höherer, durch katalytische Reduktion von Kohlenoxyden mit Wasserstoff entstandener 20 Verbindungen mit Wasserstoff. Man regelt die Gasgeschwindigkeit bzw. die Verdünnung der Dämpfe mit Wasserstoff in der Weise,

daß im Kontaktofen keine Kondensation höher siedender Anteile stattfinden kann.

Man erhält wasserklar, angenehm alkoholartig riechende Öle.

An Stelle von Aluminiumhydroxyd kann man dem Kontakt auch Salze des Aluminiums, wie z. B. Aluminiumphosphat, zusetzen; auch andere Zusätze, wie Thordioxyd, 30 Wolframoxyd usw., sind geeignet.

PATENTANSPRUCH:

Verfahren zum Reinigen von sauerstoffhaltigen organischen Verbindungen, wie sie bei der katalytischen Reduktion von Kohlenoxyden mit Wasserstoff anfallen, dadurch gekennzeichnet, daß man diese Verbindungen oder Fraktionen solcher gegebenenfalls nach Vorbehandlung mit Reinigungsmitteln bei gewöhnlichem Druck einer katalytischen Hydrierung in gasförmigem Zustande unterwirft.