

DEUTSCHES REICH



AUSGEGEBEN AM  
24. FEBRUAR 1930

REICHSPATENTAMT  
PATENTSCHRIFT

№ 492 427

KLASSE 12<sup>o</sup> GRUPPE 5

B 112217 IVa/12<sup>o</sup>3

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

3925

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

Verfahren zur Gewinnung von sauerstoffhaltigen organischen Verbindungen

Zusatz zum Patent 479 829

Patentiert im Deutschen Reiche vom 8. Januar 1924 ab

Das Hauptpatent hat angefangen am 25. Dezember 1923.

Im Patent 479 829 ist ein Verfahren beschrieben, welches gestattet, die durch katalytische Hydrogenisation von Oxyden des Kohlenstoffs neben Methylalkohol erhältlichen wasserhaltigen Gemische sauerstoffhaltiger organischer Verbindungen durch fraktionierte Destillation in einzelne Bestandteile zu zerlegen, indem man zuvor die Hauptmenge des Wassers aus dem Gemisch entfernt.

Es wurde nun gefunden, daß man auf sehr einfache Weise eine weitgehende Abtrennung des Wassers aus den genannten Gemischen erzielen kann, wenn man sie der Tiefkühlung unterwirft, so daß sich das Wasser in fester oder halbfester Form abscheidet. Mit dem Wasser zusammen scheiden sich hierbei im allgemeinen noch organische Verbindungen ab.

Bei hohem Gehalt des Gemisches an Methylalkohol ist ein vorheriges Abdestillieren der Hauptmenge des letzteren zweckmäßig, unter Umständen sogar erforderlich, da man sonst sehr tief kühlen muß, weil größere Mengen Methylalkohol das Ausfrieren des Wassers erschweren.

Beispiel

Ein Rohprodukt, das bei der katalytischen Hydrierung eines aus 30% Kohlenoxyd und 70% Wasserstoff bestehenden Gasgemisches bei 420° und 200 Atm. Druck mittels eines aus 15 Teilen Kaliumbichromat, 4 Teilen Zinkoxyd und 2 Teilen Kupferoxyd hergestellten Kontakts erhalten wurde, wird von der Hauptmenge des Methylalkohols durch Destillation oder Ausschüttern mit Wasser befreit. Der ölige Rückstand, der noch etwa 20% Wasser enthält und ein spezifisches Gewicht von 0,860 besitzt, wird mittels Kohlen-säureschnees abgekühlt und von dem ausfallenden, hauptsächlich aus Wasser und Methylalkohol bestehenden Kristallbrei abgenutscht. In dem erhaltenen Filtrat, das etwa 75% des vorgenannten öligen Rückstandes ausmacht und dessen spezifisches Gewicht nunmehr 0,823 beträgt, sind jetzt nur noch geringe Mengen Wasser vorhanden; ein einfaches Destillieren genügt, um den im Rohöl vorhandenen Isobutylalkohol (bei den oben angegebenen Arbeitsbedingungen

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

Dr. Rudolf Wietzel in Ludwigshafen a. Rh. und Dr. Martin Luther in Mannheim.

über 20% des Rohproduktes) und daneben auch noch andere organische sauerstoffhaltige Stoffe praktisch wasserfrei zu gewinnen.

Die infolge geringer Beimengungen oft gelblich gefärbte Isobutylalkoholfraktion wird unter Zugabe von wenig metallischem Natrium oder auch von Pottasche rektifiziert. Es wird dann ein wasserheller, fast 100prozentiger Isobutylalkohol gewonnen.

Fügt man zu dem abzukühlenden Öl noch geeignete andere Stoffe, wie Benzol oder flüssige schweflige Säure, hinzu, so tritt die Bildung des Kristallbreies bedeutend leichter ein.

An Stelle der geschilderten Arbeitsweise kann man auch in der Weise verfahren, daß man das Rohprodukt fraktioniert und die bei 75 bis 100° übergehende Fraktion, die aus einem Gemisch von Methylalkohol, Wasser,

Isobutylalkohol und höher siedenden Stoffen besteht, das sich durch gewöhnliche Destillation nur mit großer Mühe und erst nach wiederholter Destillation trennen läßt, in der oben angegebenen Weise durch Tiefkühlung von der Hauptmasse des Wassers befreit und auf reinen Isobutylalkohol, wie oben angegeben, weiterverarbeitet.

#### PATENTANSPRUCH:

Ausführungsform des Verfahrens des Hauptpatents 479 829, dadurch gekennzeichnet, daß das bei der katalytischen Hydrierung der Kohlenoxyde erhaltene Gemisch zur Entfernung des Wassers so tief gekühlt wird, daß sich das Wasser, gegebenenfalls zusammen mit organischen Verbindungen, in fester oder halbfester Form ausscheidet.