



AUSGEGEBEN AM
8. APRIL 1932

REICHSPATENTAMT
PATENTSCHRIFT

№ 548 188

KLASSE 12^o GRUPPE 5 104

I 27539 IV a | 12^o

Tag der Bekanntmachung über die Erteilung des Patents: 24. März 1932

2087

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

Verfahren zur Herstellung unmittelbar für technische Zwecke verwendbarer Produkte
aus den Hydrierungsprodukten von Kohlenoxyden

Patentiert im Deutschen Reiche vom 2. März 1926 ab

Es wurde gefunden, daß sich aus den bei der katalytischen Hydrogenisation von Kohlenoxyden erhältlichen, bei hohen Temperaturen, insbesondere über 150°, siedenden sauerstoffhaltigen Produkten in vorteilhafter Weise mittels der Molekülverbindungen mit anorganischen Salzen unmittelbar für technische Zwecke verwendbare Produkte gewinnen lassen.

Zu diesem Zweck läßt man auf die genannten Hydrogenisationsprodukte völlig oder teilweise entwässerte hydratbildende Salze, z. B. entwässertes Magnesiumchlorid, Calciumchlorid, Calciumnitrat usw., einwirken. Beim Kühlen, zweckmäßig unter Zugabe geeigneter Fällungsmittel, wie Benzin, scheiden sich die festen Molekülverbindungen ab, die leicht durch Filtrieren von den unveränderten Anteilen getrennt werden können. Schon durch Zugabe von Wasser werden die Molekülverbindungen wieder zersetzt. Die hierbei frei werdenden sauerstoffhaltigen Hydrogenisationsprodukte von Kohlenoxyden besitzen eine hellere Farbe und einen angenehmeren Geruch als das Ausgangsgemisch; auch sieden sie zum großen Teil niedriger als dieses. Man erhält auf diese Weise unmittelbar Produkte, die insbesondere als Lacklösungsmittel Verwendung finden können, daneben aber auch

vor allem für die Herstellung von Weichmachungsmittein und für weitere katalytische Umsetzungen, z. B. die katalytische Dehydratisierung, bestens geeignet sind.

Es ist an sich bekannt, daß eine Reihe organischer Verbindungen mit anorganischen Salzen Molekülverbindungen bilden. So reagieren beispielsweise Aldehyde und Ketone mit Bisulfit, verschiedene Alkohole mit Calciumchlorid und sind auch Molekülverbindungen einzelner Ester mit Calciumchlorid bekannt. Man hat ferner schon Geraniol, um es in reiner Form zu gewinnen, in eine Doppelverbindung mit Chlorcalcium übergeführt und hat auch schon vorgeschlagen, zwecks Reindarstellung von Aceton und Alkohol aus ihren Gemischen das Aceton mit Bisulfit und den Alkohol mit Chlorcalcium abzuscheiden. Endlich wurde bei der analytischen Untersuchung eines durch Hydrierung von Kohlenoxyd erhaltenen öligen Produktes dessen mit Wasserdampf flüchtiger öliger Anteil schon mit konzentrierter Bisulfitlauge behandelt, um in bekannter Weise das Vorhandensein von Aldehyden und Ketonen im Reaktionsprodukt nachzuweisen und diese aus dem Öl zu entfernen.

Im vorliegenden Fall handelt es sich aber nicht darum, bestimmte Stoffklassen mittels

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

Dr. Martin Luther in Mannheim und Dr. Hans Sönlken in Oppau.

29



spezifischer Reagenzien aus dem rohen Gemisch abzutrennen, sondern darum, speziell die technisch oftmals nicht direkt verwertbaren, bei höheren Temperaturen siedenden Anteile der Hydrierungsprodukte des Kohlenoxyds in unmittelbar für technische Zwecke geeignete Produkte durch Beseitigung der in diesen oft komplizierten und schwer zu trennenden Gemischen vorhandenen störenden Bestandteile überzuführen, eine Aufgabe, die in der oben beschriebenen Weise mit bestem Erfolg gelöst werden konnte.

Beispiel 1

15 Die zwischen 150 und 250° siedende Fraktion eines z. B. durch Überleiten eines aus Kohlenoxyd und Wasserstoff bestehenden Gasgemisches bei etwa 200 Atm. und 450°
 20 über einen Katalysator, der durch Tränken von Zinkoxyd mit Kaliumbichromatlösung und darauffolgendes Trocknen hergestellt wurde, erhaltenen Hydrogenisationsprodukte wird mit der gleichen Gewichtsmenge trockenen, gepulverten Chlorcalciums
 25 verrührt, wobei unter Wärmeentwicklung der größte Teil des Chlorcalciums in Lösung geht. Sodann wird gut gekühlt und Benzin zugesetzt, wodurch eine Molekülverbindung
 30 Hydrogenisationsprodukten von Kohlenoxyd ausgefällt wird. Diese wird abfiltriert und mit Benzin gewaschen. Durch Versetzen mit Wasser wird daraus ein helles, öliges Produkt erhalten, das etwa 50 % des dunkelgefärbten
 35 Ausgangsmaterials ausmacht. Etwa die Hälfte davon siedet unter 170°, während der keine

Chlorcalciumverbindung gebende Anteil hauptsächlich bei höherer Temperatur siedet.

Beispiel 2

Das gemäß Beispiel 1 zu verwendende Ausgangsprodukt wird mit der gleichen Gewichtsmenge Zinkchlorid versetzt. Unter heftiger Wärmeentwicklung geht das Salz in Lösung. Durch Ausfällen mit Benzin unter
 45 Kühlung wird eine Verbindung erhalten, die mit viel Wasser zersetzt wird. Das hierbei abgeschiedene Öl ist hell und siedet niedriger als das Ausgangsprodukt. 50

Beispiel 3

Ein über 150° siedendes Ausgangsprodukt gemäß Beispiel 1 wird mit der gleichen Menge
 55 fein gepulvertem, wasserfreiem Magnesiumchlorid verrieben, wobei allmählich ein großer Teil des Magnesiumchlorids in Lösung geht. Die Weiterverarbeitung erfolgt wie in Beispiel 1. 60

PATENTANSPRUCH:

Verfahren zur Herstellung unmittelbar für technische Zwecke verwendbarer Produkte aus den durch katalytische Hydrogenisation von Kohlenoxyden erhältlichen, bei höheren Temperaturen, insbesondere
 65 über 150°, siedenden sauerstoffhaltigen Produkten, dadurch gekennzeichnet, daß man aus diesen feste Molekülverbindungen mit völlig oder teilweise entwässerten hydratbildenden Salzen abscheidet, die festen
 70 Molekülverbindungen abtrennt und wieder zersetzt.