

REICHSPATENTAMT
PATENTSCHRIFT

2086

№ 551 167

KLASSE 12,0 GRUPPE 7

I 29437 IVa/120^a

Tag der Bekanntmachung über die Erteilung des Patents: 4. Mai 1932

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

Verfahren zur Trennung von katalytisch erhaltenen sauerstoffhaltigen organischen Produkten
höherer Art oder ähnlichen Produkten

Patentiert im Deutschen Reiche vom 5. November 1926 ab

Die katalytisch aus Kohlenstoffoxyden, z. B. gemäß dem Patent 544 665, gewonnenen sauerstoffhaltigen Hydrierungsprodukte bestehen aus einem Gemisch niedrigsiedender 5 Alkohole (Methyl-, Propyl-, Isobutylalkohol) und hochsiedender Anteile, welche letzteren neben höheren Alkoholen cyclische Ketone und andere sauerstoffhaltige organische Verbindungen enthalten. Während nun die Trennung der niedrigsiedenden Alkohole bis zum 10 Isobutylalkohol durch Destillation, insbesondere gemäß dem Patent 479 829, gelingt, führt diese Methode bei der Abscheidung der höheren Alkohole nicht oder nur teilweise zum 15 Ziele.

Es wurde nun gefunden, daß die Isolierung der wertvollen Alkohole aus den genannten höher siedenden Gemischen oder ähnlichen 20 Produkten leicht gelingt, wenn man die Gemische oder einzelne Fraktionen dieser einer Dehydrierung unterwirft und dadurch die darin vorhandenen Alkohole in die entsprechenden Aldehyde überführt. Die wesentlich 25 niedriger siedenden Aldehyde lassen sich leicht, z. B. durch Destillation oder durch Ausschütteln mit Bisulfid von den übrigen Anteilen trennen. Die erhaltenen Aldehyde können in bekannter Weise durch katalytische Hydrierung wieder in die Alkohole übergeführt werden. Auch kann man die Alde-

hyde in dem erhaltenen Dehydrierungsprodukt unmittelbar mit Sauerstoff zu den entsprechenden Säuren oxydieren und diese aus dem Gemisch, beispielsweise mittels Alkalilauge, abscheiden. Das Verfahren kann vorteilhaft auch auf ähnlich zusammengesetzte 35 Gemische, die auf andere Weise erhalten wurden, z. B. auf Fuselöle oder die bei der Hydratation von ungesättigten Kohlenwasserstoffen entstehenden Gemische, angewandt werden. 40

Beispiel 1

Eine bei 120 bis 150° siedende Fraktion eines sauerstoffhaltigen Hydrierungsproduktes von Kohlenoxyd wird bei 460° über 45 Lithopone, die auf Bimsstein niedergeschlagen ist, geleitet, wobei reichliche Wasserstoffabspaltung erfolgt. Das erhaltene Dehydrierungsprodukt wird mit Natriumbisulfid 50 ausgeschüttelt und die wäßrige Schicht nach dem Abtrennen von der öligen mit Soda zerlegt, worauf die dabei sich abscheidende ölige Schicht gewaschen, getrocknet und destilliert wird. Der größte Teil des abgetrennten 55 Aldehydgemisches besteht aus Methyläthylacetaldehyd vom Kp. 90 bis 92°, der Rest enthält einen Isocapronaldehyd. Durch Überleiten des Methyläthylacetaldehyds zusammen mit Wasserstoff über Nickel enthaltende, 60

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

Dr. Martin Luther in Mannheim und Dr. Kurt Pieroh in Ludwigshafen a. Rh.

basenaustauschende Silikate erfolgt leicht
Hydrierung zum Methyläthyläthanol (Kp.
128°).

Beispiel 2

5 Eine von 95 bis 120° siedende Fraktion
eines bei der katalytischen Druckhydrierung
von Kohlenoxyden erhaltenen Ölgemisches
wird bei 460° über Zinkoxyd, das auf Bims-
stein niedergeschlagen ist, geleitet. Von dem
10 entstandenen Dehydrierungsprodukt sind etwa
90% in Bisulfidlauge löslich und können
daraus durch Soda als freie Aldehyde ab-
geschieden werden. Das erhaltene Aldehyd-
15 gemisch gibt bei der fraktionierten Destilla-
tion neben einem geringen Vorlauf von Pro-
pionaldehyd in der Hauptmenge Isobutyral-
dehyd vom Kp. 63°. Als Nachlauf wird noch
20 Methyläthylacetaldehyd vom Kp. 92° erhal-
ten. Die Aldehyde können durch Hydrierung
in bekannter Weise in die entsprechenden
Alkohole, Propylalkohol, Isobutylalkohol und
sekundäres Butylcarbinol, übergeführt werden.

Beispiel 3

25 Eine Fuselölfraction vom Kp. 85 bis 130°
wird bei 480° über einen Kontakt aus Litho-
ponc, die auf Bimsstein niedergeschlagen
ist, geleitet, wobei reichliche Wasserstoff-
30 abspaltung erfolgt. Das etwa 90% Aldehyd
enthaltende Dehydrierungsprodukt kann durch
fraktionierte Destillation oder vorteilhafter
durch Abscheiden der erhaltenen Aldehyde

über die Bisulfidverbindung aufgearbeitet 35
werden. Neben geringen Mengen von Pro-
pionaldehyd werden als Hauptanteile Iso-
butyraldehyd vom Kp. 63° und eine bei 92°
siedende Aldehydfraction erhalten, die ein
Gemisch von Isovaleraldehyd (Isopropyl-
40 acetaldehyd) und Methyläthylacetaldehyd dar-
stellt. Die erhaltenen Aldehyde können in
bekannter Weise durch Hydrierung in die
entsprechenden Alkohole übergeführt werden. 45

PATENTANSPRÜCHE:

1. Verfahren zur Trennung der bei der
katalytischen Hydrierung von Kohlen-
stoffoxyden zu sauerstoffhaltigen organi- 50
schen Verbindungen entstehenden, über
100° siedenden Produkte oder ähnlich
zusammengesetzter Gemische, dadurch ge-
kennzeichnet, daß man die Gemische oder
einzelne Fraktionen dieser vor der Tren- 55
nung einer Dehydrierung unterwirft.

2. Ausführungsform des Verfahrens
gemäß Patentanspruch 1, dadurch gekenn- 60
zeichnet, daß man aus dem durch De-
hydrierung erhaltenen Gemisch die Alde-
hyde abscheidet und diese gegebenenfalls
durch Hydrierung in die entsprechenden
Alkohole überführt, oder daß man das
65 durch Dehydrierung entstandene Gemisch
mit Sauerstoff oder sauerstoffabgebenden
Mitteln derart behandelt, daß die darin
enthaltenen Aldehyde in Säuren über-
geben, worauf man die Säuren abtrennt.