

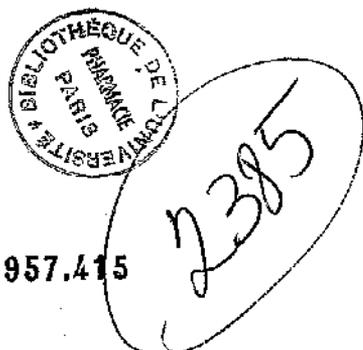
MINISTÈRE DE L'INDUSTRIE ET DU COMMERCE.

SERVICE DE LA PROPRIÉTÉ INDUSTRIELLE.

BREVET D'INVENTION.

Gr. 14. — Cl. 1.

N° 957.415



Procédé pour la purification des alcools synthétiques.

Société dite : MONTECATINI (Soc. GEN. PER L'INDUSTRIA MINERARIA E CHIMICA) résidant en Italie.

Demandé le 18 décembre 1947, à 13^h 22^m, à Paris.

Délivré le 22 août 1949. — Publié le 17 février 1950.

(Demande de Brevet déposée en Italie le 17 juin 1944. — Déclaration du déposant.)

On sait que dans les alcools obtenus par synthèse, à partir de mélanges d'oxyde de carbone et d'hydrogène, on retrouve des quantités sensibles d'autres composés, tels que : aldéhydes, cétones, acides gras libres et éthers-sels mélangés à d'autres composés ayant une fonction mixte aussi bien qu'avec des composés non saturés.

Ces alcools bruts ont par conséquent une odeur très désagréable, une couleur foncée, une réaction acide, un indice de saponification très élevé et ils réduisent la liqueur de Fehling.

Pour éliminer tous ces composés, on a jusqu'ici eu recours à des traitements chimiques, ou physico-chimiques, avec des substances alcalines, des agents oxydants (comme hypochlorites, persulfates, etc.), des agents de condensation (comme le chlorure de zinc) ou encore des réactifs spécifiques pour chaque groupe de composés ayant une caractéristique fonctionnelle déterminée. Tous ces traitements causent naturellement des pertes sensibles en alcools vrais et propres, outre l'élimination des impuretés.

On a maintenant trouvé qu'en soumettant le mélange d'alcools bruts — ou même les fractions n'ayant subi aucun traitement préalable — à un traitement d'hydrogénation, on atteint une transformation presque quantitative des aldéhydes, des cétones et des

éthers-sels en les alcools correspondants, sans pertes sensibles. Les alcools traités de la sorte sont incolores, exempts d'acidité combinée, dépourvus de pouvoir de réduction, ont une odeur agréable et, après rectification, présentent les caractéristiques des produits très purs.

Le traitement hydrogénant peut être effectué soit à l'état gazeux, soit à l'état liquide, sous pression, et même en marche continue, en présence de catalyseurs convenables tels que : nickel, cobalt, cuivre, seuls ou mélangés, auxquels on peut éventuellement ajouter des activateurs comme le fer, le chrome, le zinc, l'argent, etc., ou encore d'autres substances dispersantes ayant aussi fonction de support telles que : silicagel, farine fossile, charbon, etc.

L'hydrogénation peut être effectuée sur le mélange des alcools bruts aussi bien que sur chaque fraction, pouvant être accompagnée par une dilution, préalable ou subséquente, à l'eau, dans le but de faciliter la séparation des divers alcools, et obtenir ainsi des produits plus purs.

Exemples :

1° Un échantillon d'alcool méthylique de première distillation, à odeur désagréable, qui décolore instantanément une solution de permanganate de potassium N/10 et jaunit par traitement avec l'acide sulfurique con-

centré, est hydrogéné pendant 5 minutes à 100° C. et 150 atm., en présence de nickel actif (préparé d'un alliage nickel-aluminium). Après ce traitement, l'alcool résiste pendant plus de 3 minutes à la solution de permanganate et ne jaunit point sous l'action de l'acide sulfurique concentré;

2° Un mélange d'alcools supérieurs au méthyle, sensiblement coloré en jaune, séparé par dilution, avec un volume égal d'eau, d'un mélange brut contenant 30 gr./l d'éthers-sels et 10 gr./l de composés carbonyliques, est hydrogéné pendant 20 minutes, à 200° C. et 300 atm. avec 2 % d'un catalyseur cobalt-cuivre-chrome.

Le produit traité contient moins de 0,1 % d'éthers-sels et à peine quelques traces d'aldéhydes et de cétones;

3° Un mélange d'alcools bruts contenant plus de 11 % d'alcools supérieurs au méthyle, 42 gr./l d'éthers-sels et 19 gr./l de composés carbonyliques, est hydrogéné en marche continue à 150 atm. dans une colonne chauffée à 150° C. contenant un catalyseur constitué par des oxydes de cuivre et de chrome activés avec 5 % de nickel. Après 30 minutes de contact, on obtient la réduction complète des composés carbonyliques, tandis que les éthers-sels sont réduits dans une mesure dépassant 95 %. On effectue la dilution du produit hydrogéné avec un volume au moins égal d'eau et on rectifie, comme d'habitude, la couche aqueuse obtenant ainsi un alcool méthyle pur, résistant aux essais du permanganate et de l'acide sulfurique. De la couche supérieure,

on obtient par rectification surtout de l'alcool isobutylique et des alcools amyliques exempts d'éthers-sels, d'aldéhydes et de cétones.

RÉSUMÉ :

1° L'invention a pour objet un procédé de purification des alcools synthétiques, caractérisé par une hydrogénation en phase de vapeur ou liquide, à pression normale ou sous pression, en présence de catalyseurs tels que le nickel, le cobalt, le cuivre, seuls ou mélangés, éventuellement activés par de petites quantités d'autres métaux tels que le zinc, le chrome, le fer, l'argent, etc., et éventuellement appliqués sur des supports absorbants tels que le silica-gel, la farine fossile, le charbon actif, etc.;

2° Le procédé selon l'invention peut en outre comporter une ou plusieurs des caractéristiques suivantes :

a. Le procédé est effectué en marche continue;

b. Le procédé est effectué sur des fractions particulières, obtenues par une simple distillation préliminaire, au lieu de l'être sur le total brut;

c. Le procédé est effectué avant ou après dilution à l'eau du mélange des alcools bruts, ayant pour but l'amélioration du fractionnement des alcools.

Société dite :

MONTEGATINI (Soc. GEN. PER L'INDUSTRIA
MINERARIA E CHIMICA).

Par procuration :

H. BOETTCHER fils