

2744-30/5.05-40

PRODUCTION of  
ALCOHOLS AND  
ESTERS

**Steinkohlen-Bergwerk "Rheinpreussen",  
Abteilung Treibstoff-Werk,  
H o m b e r g/Niederrhein.**

**Dr.Kt/T**

**20.September 1938**

**A.S.I - Polymerisations-Anlage.**

Wir bestätigen den Eingang Ihres Schreibens vom 16.d.Mts. Die Abänderung des Blubber-Tanks, Zeichnung A.S.1018, werden wir Ihrem Wunsche entsprechend vornehmen und Ihnen dann die geänderte Zeichnung vorlegen. Bestüglich der Verseifung möchten wir bemerken, dass wir in unserer beiliegenden neuen Aufstellungszeichnung A.S.1027 der Anlage vier kaskadenförmig angeordnete Kocher vorgesehen haben, in denen die gesamte Aufenthaltszeit der Flüssigkeit eine Stunde beträgt. Die Einzelseichnung des Kochers A.S.1026 ist ebenfalls beigelegt. Die Beheizung war durch direkten Dampf gedacht. Wir werden jedoch, Ihrem Briefe vom 16.d.Mts. zufolge, alternativ eine Kolonne für die Verseifung entwerfen.

Zu den beiliegenden Zeichnungen bemerken wir noch folgendes

Auf dem Schema A.S.1024 ist die Verseifung mit vier Kochern dargestellt und die Abmessungen der Apparate angegeben. Der Mischer, in welchem ca. 615 kg/h Ester mit ca. 1250 l Wasser vermischt werden, besitzt ein Rührwerk und eine Kühlechlange. (Die Kühlechlange kann nach Ihrem Briefe vom 16.d.Mts. womöglich wieder fortfallen). Das Gemisch, ca. 1865 l/h, fließt in den Polymerbenzin-Abscheider. Diesen haben wir zweckmäßig als liegenden Behälter ausgeführt, damit die Entmischungshöhe, die die einzelnen Polymerbenzin-Teilchen überwinden müssen, möglichst gering ist. Die Strömungsgeschwindigkeit

durch den Behälter ist ausserordentlich gering, so dass sich eine Aufenthaltszeit der Flüssigkeit im Behälter von ca. zwei Stunden ergibt. Da die Flüssigkeit aus diesem Behälter durch eigenes Gefälle den Kochern zufließen muss, wird der Behälter zweckmässig auf der obersten Bühne des Gebäudes angeordnet. Die Anordnung der einzelnen Apparate ist im beiliegenden Plan des Gebäudes zu ersehen. Wunschgemäss befinden sich auf der einen Seite alle zu der Veresterung und auf der anderen Seite alle zu der Verseifung gehörenden Apparate. Dazwischen liegt der Bedienungsraum und unter diesem der Pumpenraum. Gegebenenfalls kann der Boden des Bedienungsraumes mit Tz-Rosten ausgeführt werden, so dass man durch diese hindurch vom Bedienungsraum in den Pumpenraum blicken kann. Zweckmässig werden Pumpen- und Bedienungsraum in Beton ausgeführt, da möglicherweise sonst die beantragte Eisenmenge überschritten wird. Der Pumpenraum muss etwas breiter gehalten werden als der Bedienungsraum, da er sonst nicht geräumig genug wird. Aus dem Grundriss des Pumpenraumes ersehen Sie, dass wir die zwei Zuflusspumpen und die zwei Rückflusspumpen für die Gasolkolonne als Simplex-Kolbenpumpen gewählt haben, da sich bei den kleinen Gasolmengen Kreiselpumpen nicht mehr genügend genau regulieren lassen.

Auf Zeichnung A.S.1025 haben wir noch einmal die Füllmöglichkeiten des Dosiergefässes für die frische Schwefelsäure dargestellt. Auf der rechten Seite der Zeichnung ist die bisher zugrunde gelegte Arbeitsweise skizziert, bei der das Dosiergefäss während des Füllens drucklos gemacht wird und die Füllung mittels einer Kreiselpumpe erfolgt. Wir möchten empfehlen, die Einstellung der Menge im Dosiergefäss mittels einer Reihe in verschiedenen Höhen angeordneter Überlaufstutzen vorzunehmen, von denen jeweils einer mit der Ablaufleitung durch ein Zwischenstück verbunden wird, während die anderen blind geflanscht werden. Man kann hierdurch die Schwefelsäure-Menge um ca. 100 Ltr. verstellen. Da man aber ausserdem durch die Abmessung der Gasolmenge im Rührwerksbehälter selbst die Gasolmenge verschieden gross wählen kann, dürfte durch

das stufenweise Dosieren der Schwefelsäure kein Nachteil entstehen. Durch diese Anordnung würde der stetig verstellbare Überlauf des Dosiergefässes fortfallen, der konstruktiv sich nicht recht befriedigend ausbilden lässt.

Auf der linken Seite des Schemas A.S. 1023 ist das Dosieren dargestellt für den Fall, dass im Dosiergefäss stets Druck herrscht. Ein Überlauf des Dosiergefässes zum Schwefelsäure-Lagerbehälter wäre nur möglich mit Hilfe eines Druckminderventils oder eines Kondenstopfes. Diese haben jedoch bewegliche Teile, die in Anbetracht der Schwefelsäure den Betrieb stören könnten. Daher ist es zweckmässig, ein zweites gleichgrosses Dosiergefäss aufzustellen, das die aus dem ersten Dosiergefäss überfliessende Flüssigkeit aufnimmt. Beim nächsten Füllen wird dann das zweite Dosiergefäss, in welchem sich der Flüssigkeitsrest befindet, gefüllt, so dass die überfliessende Schwefelsäure in das erste Gefäss strömt. Das Überfliessen der Schwefelsäure wird an einem Fernstandsanzeiger im Bedienungsraum bemerkt. In dieser Weise wäre ein völlig einwandfreies Abmessen der Schwefelsäure möglich. Bei einer evtl. Erweiterung der Anlage können mit diesen beiden Dosiergefässen sämtliche Rührwerksbehälter gefüllt werden. Es muss eine Kolbenpumpe verwendet werden. Wir bitten Sie zu entscheiden, ob man nur eine Kolbenpumpe und als Reserve eine Kreiselpumpe (Arbeiten ohne Druck) vorsehen soll, oder ob man ausserdem noch eine zweite Kolbenpumpe oder eine zweite Kreiselpumpe als Reserve wählen sollte.

Auf Zeichnung A.S. 1025 ist ein Gasol-Waschtopf dargestellt, dessen Einsatz mit festem Ätznatron gefüllt wird. Es sind zwei Batterien mit je drei Gasol-Waschtöpfen parallel geschaltet, so dass beim Erneuern des Ätznatrons stets drei Gasol-Waschtöpfe in Betrieb bleiben können. Die Wahl einzelner Töpfe anstelle eines Waschturmes wurde von uns getroffen, da hierdurch die Bedienung wesentlich einfacher und übersichtlicher wird.

Steinkohlen-Bergwerk "Rheinpreussen"  
Abteilung Treibstoff-Werk, Homburg 20.9.1938 4

Besugnehmend auf unser heutiges Telefongespräch mit Ihrem sehr geehrten Herrn Dr. E r i m m e bitten wir Sie um Mitteilung, ob Herr Dr. G r i m m e im Laufe dieser Woche hierher kommt, oder ob unser Herr Dr. Kohrt zu Ihnen kommen soll. Eine baldige endgültige Entscheidung über alle noch offenen Fragen (s.B. auch Rührwerksbehälter) wäre sehr erwünscht, da wir mit der Materialbeschaffung an das vierte Quartal 1938 gebunden sind.

Mit deutschem Gruss !  
L U R G I  
Gesellschaft für Wärmetechnik m.b.H.

Anlage  
div. Zeichnungen

16. September 1938

Gr/Ba.

Firma

L u r g i Gesellschaft für Wärmetechnik,

F r a n k f u r t a.M.

Gervinusstr. 10-17

Treibstoffwerk

Betr. ASI-Polymerisations-Anlage.

Wir haben die von Ihrem Herrn Dr. K o r t h uns zur Prüfung überlassene Zeichnung Nr. AS 1018 des Blubber-tanks geprüft und möchten folgende Abänderungen empfehlen:

Die untere Siebplatte kann mit ziemlich weiten Löchern versehen sein, wenn auf dieser Raschigringe in ca. 50 cm hoher Schicht aufgefüllt werden. Darüber halten wir einen leeren Raum von etwa 30 cm für zweckmäßig, und darüber denken wir uns eine zweite Siebplatte mit einer zweiten Lage Raschigringe, die als Spritzfänger dient. Die untere Raschigringschicht ist im Betriebszustand mit Lauge zum Teil gefüllt, sodaß in den Raschigringen die eigentliche Auswaschung erfolgen würde. Mit den übrigen Maßen und Anschlüssen des Tanks sind wir einverstanden.

Bezüglich der Verseifung haben wir weitere Versuche gemacht, aus denen hervorgeht, daß die Alkoholbildung beim direkten Dampfeinleiten einwandfrei erfolgt, wenn die Säurekonzentration nicht über 30 - 35 % liegt. Der Dampfbedarf zur restlosen Verseifung und zum Abtrieb des Alkohols in einer Kaskadenanordnung ist nach unseren Feststellungen etwa 2,2 - 2,5 kg je kg Alkohol. Die Einwirkungsdauer mußte bei unseren Versuchen etwa 40 min.

betragen. Da der Dampfbedarf also beträchtlich höher ist als bei der Verseifung mit einer normalen Tauchglockenkolonne, halten wir die erneute Prüfung, eine Tauchglockenkolonne zu verwenden, für zweckmäßig. Wie uns auf unsere telefonische Anfrage die Firma Hengen, Duisburg mitteilt, soll die vollständige Verbleiung einer Tauchglockenkolonne keine Schwierigkeiten machen und schon mehrfach ausgeführt worden sein. Um die Zahl der Böden bei der Aufenthaltsdauer von 40 - 60 min. nicht zu stark zu steigern, hätten wir gegen eine Schichthöhe von ca. 25 cm je Boden keine Bedenken. Bei Anordnung der Dampfaustrittsöffnungen auf den Böden ungefähr 10 cm unter dem Flüssigkeitsspiegel wird unseres Erachtens noch eine genügende Durchwirbelung der Flüssigkeit auf den Böden erreicht, sodaß bei nicht übermäßigem Widerstand in der Kolonne die restlose Erfassung der Flüssigkeit eintreten dürfte. Wir bitten Sie, die Möglichkeit der Verseifung in einer Kolonne, die im Bodenteil mit direktem Dampf beheizt wird, nochmals zu überprüfen, und geben Ihnen als Richtlinien für die Planung einer geeigneten Konstruktion der <sup>Verseifung</sup> Zeichnung folgende drei Bedingungen an, die nach unseren Erfahrungen für eine glatte Verseifung bei möglichst kleiner Olefinbildung maßgebend sind:

1. Säurekonzentration unter 30 %  $H_2SO_4$  im Verseifungsgemisch.
2. Vermeidung der Überhitzung des Verseifungsgemisches.
3. Erhitzungsdauern, die nicht unter 40 min. und nicht über zwei Stunden liegen dürfen.

Die Prüfung der Frage, ob die Abscheidung des Polymerbenzins aus dem verdünnten Estergemisch zweckmäßig in der Kälte oder erst nach Vorwärmung erfolgt, hat zu nachstehenden Resultaten geführt:

Die Löslichkeit des Polymerbenzins ist in 70° warmer, wässriger, schwefelsaurer Alkohollösung kaum höher als im kalten Zustand. Dagegen tritt wahrscheinlich die Abscheidung im warmen Zustand schneller ein; wir haben

# Verteilung von Ester in Abscheide von Öl methenzin (vgl. S. 16).

Unvert. Ester:  $d = 1,279$ ;  $56,7\% \text{H}_2\text{SO}_4$

$\% \text{H}_2\text{SO}_4$	cm <sup>3</sup> obere Schicht	cm <sup>3</sup> auf 100 unvert. Ester	Relative Zahlen 40% = 1
50	0	0	0
40	0,5	0,12	1,00
30	1,0	0,33	2,75
20	1,5	0,83	6,92
16	1,5	1,0	8,33
12	1,5	1,4	11,4
8	1	1,4	11,4
0	0	0	0

Die Ableseung im Messzylinder wurde durch  
Schlamm, der sich im unvert. Ester zeigte, er-  
schwert. Der Ester wurde durch ein durchbohrtes  
Filter filtriert. Auf dem Filter verblei-  
bendes Polymerisat konnte abgelesen  
werden, da Schlamm blieb hierbei auf  
dem Filter haften.

daher gegen die Abtrennung im warmen Zustand keine Bedenken. Da aber bei der Kolonnen- oder Kaskadenverseifung eine besondere Vorwärmung nicht mehr geplant ist, kann die Abscheidung bei jeder beliebigen Temperatur erfolgen, die sich nach Verdünnen des Estergemisches mit Wasser einstellt.

Über die Mengen Polymerbenzin, die sich bei der Verdünnung abscheiden, können wir Ihnen heute folgende Angaben machen:

Bei einer Verdünnung des Esters

bis zu 50 %	$H_2SO_4$	bilden sich	2,7 ccm	Polymerbi je kg	unverdünnter Ester
" "	40 %	" "	3,3 "	" "	" "
" "	30 %	" "	9,3 "	" "	" "
" "	20 %	" "	20,6 "	" "	" "

Es werden also bei einer stündlichen Menge von 830 kg Ester, die mit Wasser auf 20 - 30 %  $H_2SO_4$  verdünnt werden, ca. 17 Ltr. Polymerbenzin je Stunde abgeschieden.

*G.*

19. Juli 1938

Gr/Ba.

Firma

L u r g i Gesellschaft für Wärmetechnik m.b.H.,

Abt. A.S.

F r a n k f u r t a.M.

Gervinusstr. 10-17

Treibstoffwerk  
Betr. A.S.

Wir erhielten Ihr Schreiben vom 15.7.38 mit dem neuen Entwurf für die Aufstellung der Lösungsmittel-Anlage. Wir erklären uns mit der Anordnung des Bedienungsraumes, der Bühne, der Lagerbehälter und der Stabilisations-einrichtung einverstanden. Dagegen scheint uns die Raumausdehnung zu klein. Wir glauben, daß beispielsweise der Pumpenraum für die Aufnahme der zahlreichen Pumpen eine größere Grundfläche als 4,5 x 5 m erfordert; ferner scheint uns der Abstand der einzelnen Rührwerke und der Kocher von den übrigen Behältern zu klein zu sein. Wir halten es für wünschenswert, wenn sämtliche Gefäße von allen Seiten zugänglich aufgestellt sind. Wir bitten Sie daher, den Platzbedarf nochmals zu überprüfen und wenn möglich, eine geräumigere Aufstellung auszuarbeiten.

Von Ihrem Vorschlag, die Schwefelsäure in einer Stufe mittels eines Kessler-Apparates einzudampfen, haben wir Kenntnis genommen. Es ist uns nicht recht verständlich, wie in einem solchen Apparat, bei dem die zu konzentrierende Schwefelsäure Temperaturen bis zu 300°C ausgesetzt ist, die Bleiverkleidung halten wird, während sie bei 100° im Vogelbusch-Apparatverdampfer nicht mehr genügend beständig sein soll.

Mirna Lurgi, Frankfurt, 12. Juli 1941

Wir befürchten ferner, daß die in der zu kondensierenden Schwefelsäure enthaltenen organischen Produkte bei den hohen Temperaturen des Kessler-Apparates außerordentlich stark verkohlen und dadurch zusätzliche Störungen hervorrufen, während wir nach Möglichkeit bestrebt sein müssen, diese organischen Produkte in der Schwefelsäure unzersetzt zu erhalten. Wir bitten Sie daher, weiterhin bemüht zu sein, eine Lösung für die Frage der Schwefelsäure-Konzentration zu finden, bei der in einer Stufe bei möglichst tiefen Temperaturen und entsprechend hohem Vacuum, die Eindampfung bis zu 75 % durchgeführt wird. Von Seiten der I.G. wurden uns für solche Zwecke Bleisorten empfohlen, die 0,1 % Nickel oder <sup>0,1%</sup> Kupfer enthalten. Bei diesen Legierungen soll die Löslichkeit in heißen Schwefelsäuren besonders gering liegen, während sie in kalter Schwefelsäure das gleiche Verhalten wie reines Blei haben.

Zur Ausführung der übrigen Anlagen bemerken wir zum Teil aufgrund der Beobachtungen an der Holtener Versuchsanlage und aufgrund von Besprechungen mit der Rührchemie noch folgendes:

Für die Auslegung der Rührwerksbehälter wird es unbedingt erforderlich sein, die Lieferfirmen für den Rührer, also voraussichtlich die M.A.N. zu Rate zu ziehen; wir werden hier in den nächsten Tagen Gelegenheit haben, mit Herrn Schlimbach von der M.A.N. (Gustavsburg) zu sprechen. Wir weisen darauf hin, daß die M.A.N. für Anlagen in Holten besondere Erfahrungen über die Ausbildung der Stopfbüchse bei gasolhaltigen Rührgefäßen gesammelt hat.

Falls Ihnen die Frage des druckfesten Schauglases am Ablauf des Rührwerksbehälters weiterhin erhebliche Schwierigkeiten macht, bitten wir Sie zu prüfen, ob mit Hilfe des verschiedenartigen Auftriebs, den ein Schwimmer in Schwefelsäure und in Gasol erfährt, also mit des Prinzips der bekannten Niveaugler, eine anzeigende

3  
Firma Lurgi, Frankfurt

19. Juli

Möglichkeit und Durchflußbeobachtung erreicht werden kann. Außerdem bitten wir, zur Kontrolle in die Leitung vom Estersammel-Behälter einen Stauraum zu sehen, mit dem durchschlagende Gasolmengen durch höchste Gasentwicklung angezeigt werden.

Wir weisen nochmals auf die am 12.7. besprochenen Säulen mit Dephlegmatoren auf den Kochern hin, die auf Ihrer neuen Zeichnung A.S. 1003 noch nicht gezeichnet sind.

Die Zumischung des Wassers zum Ester ist statt in dem vorgesehenen Rührwerk, einfacher und genügend zuverlässig mit Hilfe einer Reihe hintereinander geschalteter Mischdüsen zu erreichen. Wir bitten Sie daher, den Rührwerksbehälter an dieser Stelle nicht vorzusehen.

In dem am Gemisch sich anschließenden Vorwärmer ist dagegen eine Einrichtung zu treffen, die beispielsweise mit Hilfe eines Wehres und tiefliegendem Flüssigkeitsabzuges die Abscheidung von öligen Bestandteilen auf der Oberfläche des Ester-Wassergemisches ermöglicht. Es hat sich nämlich bei den Großversuchen ergeben, daß solche öligen Polymerbenzinreste sich in kleinen Mengen nach der Verdünnung mit Wasser abscheiden können, von denen die Verseifung und das für die Entwässerung bestimmte Alkohol-Destillat möglichst freizuhalten ist.

Wir halten es für zweckmäßiger, wenn möglichst bald über Einzelheiten der Anlage eine neue mündliche Besprechung mit Ihren Sachbearbeitern stattfindet.

*Lern Dr. Grimme*

An die  
Gewerkschaft Steinkohlenbergwerk  
"Rheinpreussen"  
Abt. Treibstoffwerk  
H O M B E R G / Niederrhein.

Per Eilboten !

19.7.38

Dr.Kt/Sch.

25. Juli 1938

A.S.

Wir bestätigen den Empfang Ihres Schreibens vom 19.d.Mts.  
~~Zu den dort angeschnittenen Fragen möchten wir folgendes ausführen:~~

Wir haben gesehen, dass Sie die Verwendung eines Kessler-Apparates zur Eindampfung der Schwefelsäure mit Rücksicht auf die Zersetzung der in der Schwefelsäure enthaltenen organischen Produkte bei höheren Temperaturen nicht für geeignet halten. Wenn auch die von uns angegebene Temperatur von 300 °C sehr reichlich war und man wahrscheinlich mit Temperaturen von 200 bis 220 °C auskommt, so wird dies hinsichtlich der Zersetzung der organischen Stoffe die Sachlage nicht verändern. Wir haben die Verwendung eines Kessler-Apparates in unserem Brief vom 15.7.38 nur deswegen nachträglich ausser unseren Vorschlägen im Angebot vom 9.7.38 genannt, um nichts hinsichtlich der Vereinfachung und Verbilligung der Schwefelsäure-Konzentrations-Anlage unversuchtzulassen. Nunmehr greifen Sie also wieder auf die Eindampfung unter Vakuum zurück. Wir können Sie versichern, dass wir die Frage, ob bis zu Konzentrationen von 75 % Blei mit Sicherheit hierbei verwendet werden kann, von Anfang an ausserordentlich gründlich geprüft haben. Die von Ihnen genannten Literaturstellen (Ullmann 1932, Band 9, Seite 281, Bearbeiter Dr. Sieck und Bauer, Kröhnke, Masing, Band 2, Seite 577/78, Bearbeiter Dr. Werner) sind hinsichtlich der Löslichkeit des Bleisulfats bei höheren Konzentrationen und höheren Temperaturen nur allgemein gehalten, so dass eine einwandfreie, ein Risiko verneinende Beantwortung der Frage aus diesen Stellen nicht hergeleitet werden kann. Wir haben ferner mit den drei massgebendsten jahrelangen Mitarbeitern

des Herrn Dr. Siecke in unserer Schwestergesellschaft, der Large Gesellschaft für Chemie und Hüttenwesen m. b. H., über diese Frage mehrmals gesprochen, da Herr Dr. Siecke selbst infolge einer ernsten Krankheit in den letzten Wochen nicht zu erreichen war und in der nächsten Zeit auch nicht erreicht werden kann. Diese Herren, die seit ca. 20 Jahren Apparate für Schwefelsäure aller möglichen Konzentrationen bauen, konnten uns auch nicht mit Sicherheit angeben, dass für den vorliegenden Verwendungszweck das Blei bis zu 75 %iger Säure beständig bleibt. Diese Feststellung steht auch in keinem Widerspruch zu der Verwendung von Blei bei dem Kessler-Apparat, da bei diesem die bei 200 bis 300 ° einzdampfende Schwefelsäure sich in einem Behälter aus säurefestem Steinzeug befindet, der lediglich an der äusseren Seite, die keinen nennenswerten Temperaturen ausgesetzt ist, eine Einfassung mit Blei hat.

Wir können Ihnen ferner mitteilen, dass ausser der Lieferfirma des von uns vorgesehenen Vogelbusch-Verdampfers auch eine Konkurrenzfirma derselben, deren Angebot wegen des wesentlich höheren Preises jedoch ungünstig war, die gleichen Bedenken für die Verwendung von Blei bei Konzentrationen über 65 % geltend machte. Wir haben ferner bei den Ausführungen einer amerikanischen Firma, die mit unserer Schwestergesellschaft, L'Chemie, befreundet ist, gesehen, dass diese bei Konzentrationen von mehr als 56 ° Bé und bei Verunreinigung der Schwefelsäure durch irgendwelche Kohlenwasserstoffe in der Verwendung von Blei ausserordentlich vorsichtig ist.

Zusammenfassend können wir also unseren bisherigen Standpunkt nicht verlassen, dass keine ausreichenden praktischen Erfahrungen vorliegen, die die Verwendung von Blei bei Eindampfung bis zu Konzentrationen von 75 % ohne mehr oder weniger grosses Risiko erscheinen liessen. Wir möchten schliesslich noch darauf aufmerksam machen, dass die evtl. Haltbarkeit von verbleiten Proben, die man bei ca. 100 ° in 75 %ige Schwefelsäure einhängt, noch keineswegs ein Beweis ist, dass dieselbe Verbleitung auch in dem Heizkörper eines Verdampfers haltbar ist. Denn in dem Heizkörper eines Verdampfers, namentlich des Vogelbusch-Verdampfers, der seinen hohen Effekt einer schnellen Flüssigkeitsumwälzung zu

~~\_\_\_\_\_~~

verdrängen hat, wird das Material auch sehr stark mechanisch beansprucht. Letzteres ist für das Ablösen der Schutzschicht aus Nicksulfat geradezu einschlaggebend. Ein noch besseres Vakuum als ca. 0,1 atm würde die Sachlage auch nicht entscheidend ändern, da die Temperatur der Verdampferrohre vorwiegend durch die Temperaturen des Heißdampfes bestimmt wird und die Senkung der Siedetemperatur von 75 %iger Schwefelsäure bei noch höherem Vakuum nicht so nennenswert ist, dass die Heißdampftemperatur wesentlich vermindert werden kann. Unabhängig von diesen Materialfragen werden wir Ihnen den Preis für eine Vogelbusch-Verdampferanlage ermitteln, wenn deren Heizflächen für die Verdampfung bis auf 75 % ausgelegt werden.

Wir begrüßen es selbstverständlich sehr, wenn in einer neuen gründlichen Besprechung noch einmal alle in Ihrem Schreiben vom 19.d.Mts. aufgeworfenen Fragen erörtert werden können. Soweit wir unterrichtet sind, würde der Freitag dieser Woche der allen am besten passende Tag sein, und wir bitten Sie um Nachricht, ob dieser Tag auch Ihnen genehm ist, nach Frankfurt zu kommen.

Zu den anderen Punkten Ihres Schreibens vom 19.d.Mts. möchten wir kurz folgendes bemerken:

Die Anfertigung der Rührwerkbehälter werden wir wahrscheinlich durch die M.A.N. vornehmen lassen, da diese Firma hinsichtlich des Rührwerks und auch hinsichtlich der Stopfbuchsenfrage die grössten Erfahrungen zu haben scheint. Wir bitten Sie jedoch, von einer direkten Fühlungnahme mit Herrn Schlimmbeck von der M.A.N. im Augenblick noch abzusehen, um uns gegenüber der M.A.N. noch nicht zu feste Verpflichtungen aufzuerlegen.

Ihr Vorschlag, anstelle eines druckfesten Schauglases zur Beobachtung des Trennstriches eine Regulierung durch einen Schwimmer vorzusuchen, sagt uns sehr zu, zumal, da wir bei der Durcharbeitung der einzelnen Anlageteile in der letzten Woche selbst an diese Möglichkeit gedacht haben. Einen Staurand zur Kontrolle der von Ester-Sammelbehälter abströmenden Gesolmengen werden wir vorsehen. Desgleichen werden wir, wie am 12.7.38 besprochen, auf den Kochern Dephlegmatoren anordnen.

Bezüglich der Vermischung von Ester und Wasser halten wir jedoch an unserem Vorschlag, ein einfaches Rührwerk vorzusehen, fest, den Sie auch in der Besprechung am 12.7.38 zustimmten. Gerade wegen der grossen Gefahr, dass einzelnen Ester-teile mit zu wenig Wasser vermischt werden und nach den Ergebnissen der Holtener Versuche dann bei der Verseifung hohe Gasentwicklung zeigen, halten wir ein Rührwerk für zuverlässiger als Mischdüsen. Die Betriebssicherheit dürfte kaum beeinträchtigt werden, dadurch, dass das Rührwerk einen bewegten Teil darstellt. Bei den Mischdüsen dagegen ist ausser schlechterer Vermischung u.ä. auch eine gewisse Gefahr für ruck- und damit Mengenschwankungen gegeben, weil wir von dem Ester-Sammelbehälter her den Ester mittels einer Pumpe in den Mischbehälter und von dort aus nach Vermischung mit Wasser durch den Vorwärmer in die Kocher fördern müssen. Eine Abscheidemöglichkeit für Polymerbenzintelle werden wir am Vorwärmer vorsehen. Wir bitten Sie uns möglichst bald die Kennziffer für die Materialbeschaffungen bekanntzugeben.

Ihren Nachrichten, insbesondere über die angekündigte Besprechung sehen wir gern entgegen und zeichnen

Heil Hitler !

H U R G I

Gesellschaft für Wärmetechnik m.b.H.

Ko. Dr. Grimse.

Steinkohlen-Bergwerk Rheinpreussen  
Abt. Treibstoffwerk  
H o m b e r g / Niederrhein

Dr.Kt/Sch. 15. Juli 1938

A.S.

In der Anlage übersenden wir Ihnen unseren neuen Entwurf für die Aufstellung der Alkohol-Anlage. Wir haben unterhalb der 4 m Bühne die Einfügung eines geräumigen Bedienungsraumes vorgesehen, von dem aus man einerseits schnell zu den Rührwerksbehältern, Kochern usw. und andererseits sofort in das angebaute Pumpenhaus gelangen kann. Diese zentrale Anordnung des Bedienungsraumes gestattet nicht nur alle Anzeigergeräte in diesem anzubringen, sondern auch möglichst weitgehend die Ventile, die zum Füllen, Ablassen und Druckausgleich der verschiedenen Behälter bedient werden müssen. Der Platzbedarf dieser Anordnung überschreitet den Raum von 20 x 30 m nur unwesentlich. Die Breite der Kranbahn hat sich um ca. 1 m vergrößert. Wir bitten Sie, diesen Vorschlag zu prüfen und hoffen, dass er Ihnen zusagt. Die genauen Maße können endgültig erst festgelegt werden, wenn die Eisenkonstruktion durchkonstruiert ist.

Ferner bestätigen wir den gestrigen Anruf Ihres sehr geehrten Herrn Dr. G r i m m e, demzufolge wir die Bestellung der beiden Schwefelsäure-Konzentrations-Anlagen bei unserem Untertierlieferanten noch verschoben haben. Wir sind mit der Klärung der Frage, wie man doch noch in einer Stufe die Schwefelsäure von 30 auf 75 % eindampfen kann, beschäftigt. Die Verwendung des Bleis bei Säure von 75 % und einer Heizflächentemperatur von ca. 100 °C dürfte wegen der bei dieser Temperatur möglichen Löslichkeit des Bleisulfats immerhin ein gewisses Risiko bedeuten, für welches wir

von unserem Unterlieferanten wohl kaum irgendwelche Garantien erhalten werden. Wir haben jedoch noch eine andere Möglichkeit in Betracht gezogen, nämlich die Konzentration in einem Kessler-Apparat vorzunehmen. Diese Möglichkeit hatten wir bereits seinerzeit in Erwägung gezogen, jedoch waren wir aufgrund des grösseren Wärmebedarfes und des Schwefelsäureverlustes von einer Weiterverfolgung abgekommen. Inzwischen haben wir Gelegenheit gehabt mit einem Herrn unserer Schwesterfirma, der Lurgi Gesellschaft für Chemie und Hüttenwesen m.b.H., der im Kriege derartige Kessler-Apparate gebaut hat, über diese Angelegenheit zu sprechen. Hiernach ist es ohne weiteres möglich, die Schwefelsäure bis auf 90 % einstufig in einem Kessler-Apparat einzudampfen. Die Apparate sollen sich im Kriege bewährt haben, sie mussten aber nach dem Kriege aufgrund der Bestimmungen des Versailler-Vertrages zerstört werden. Darnach dem Kriege keine weiteren Anlagen gebaut worden sind, liegt daran, dass Probleme zur Konzentration der Schwefelsäure bis zu maximal 90 % nicht mehr aufgetaucht sind. Vielmehr wird jetzt in den Sprengstoff-Fabriken eine Konzentration von über 95 % verlangt. Infolgedessen haben sich die Pauling-Apparate mit dem Vorverdampfer von Kühnle, Kopp & Kausch durchgesetzt. Hierzu kommt die grössere Wirtschaftlichkeit der neuen Apparate infolge ihres geringeren Wärmebedarfes und des geringeren Schwefelsäureverlustes. Auf der anderen Seite steigt allerdings der Kühlwasserbedarf, da die Dämpfe kondensiert werden müssen. Bei den Kessler-Apparaten bestreichen die in einem Gasbrenner erzeugten Heizgase direkt die zu konzentrierende Schwefelsäure, wobei diese Temperaturen bis zu 300 °C annimmt. Die mit Wasserdampf beladenen Abgase gehen durch einen hohen Schornstein fort. Der Verlust an Schwefelsäure beträgt ca. 3 - 5 % der reinen Säure bei einer Konzentration bis zu 90 %. Leider bestehen in Deutschland keine Kessler-Apparate mehr, so dass eine Besichtigung nicht möglich ist. Wir werden aber zusammen mit unserer Schwester-Gesellschaft, der L'Chemie, die Frage der Eindampfung der Säure im Kessler-Apparat weiter verfolgen und hoffen, Ihnen in kurzem

Steinkohlen-Bergwerk Rheinpreussen  
Abt. Treibstoffwerk, Homberg

15.7.38

3

genaue Vorschläge hierzu machen zu können. Auf jeden Fall scheinen die Anlagekosten beim Kessler-Apparat wesentlich geringer zu sein als bei der Doppelanlage K.K.K. und Pauling. Wir werden auch prüfen, ob nicht im Ausland Kessler-Apparate zurzeit bestehen und welche neuere Erfahrungen dort vorliegen.

Wir hoffen, Ihnen mit diesen vorläufigen Angaben gedient zu haben und zeichnen

Heil Hitler !

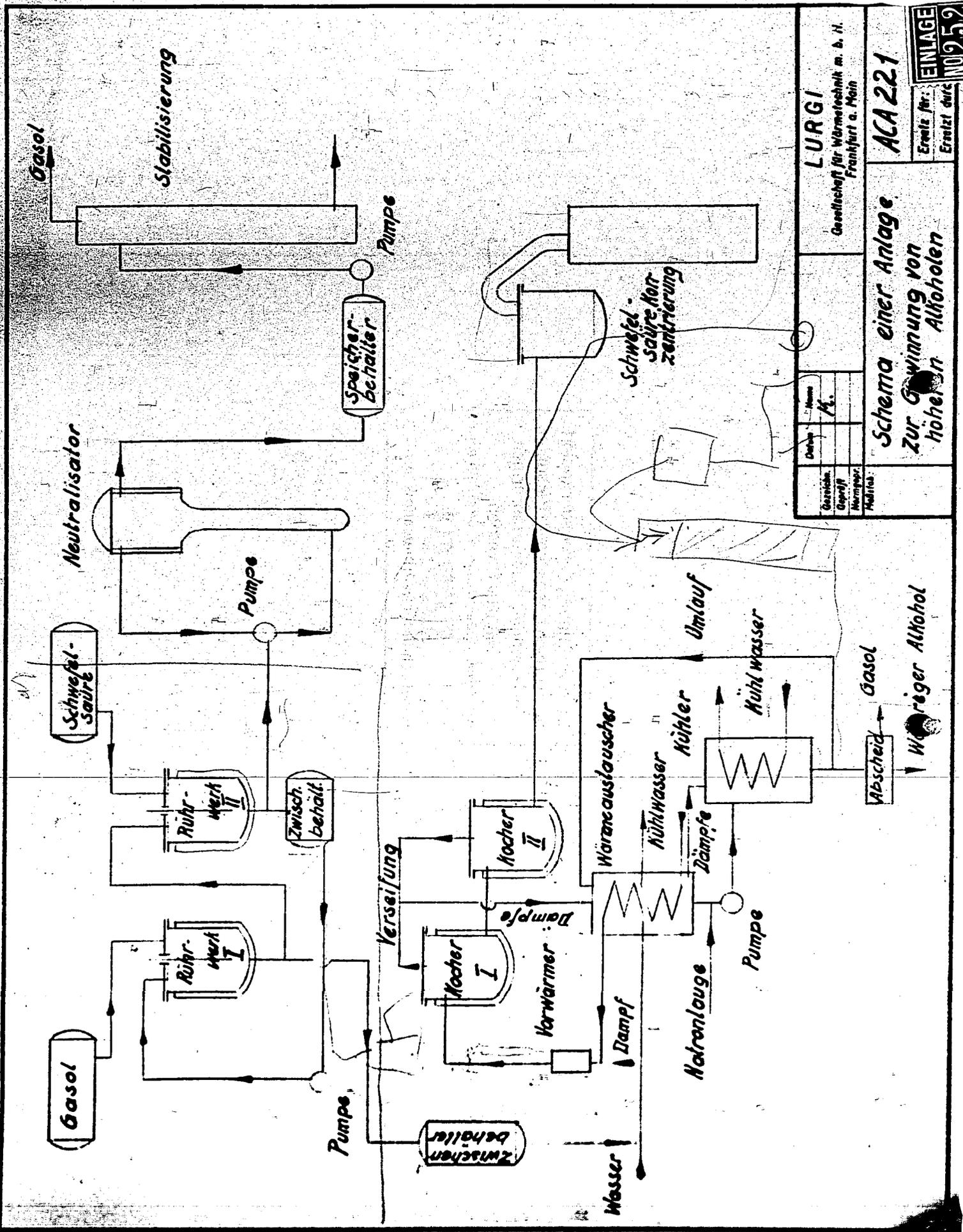
L U R G I

Gesellschaft für Wärmetechnik m.b.H.

Anlage:

1 Zohg. S.A. 1003

Ko. Dr. Grimme.



**LURGI**  
 Gesellschaft für Wärmetechnik m. B. H.  
 Frankfurt a. Main

Gezeichnet	Gezeichnet
Geprüft	Geprüft
Montiert	Montiert
Mitglied	Mitglied

**ACA 221**

Erstellt für:  
 Erstellt durch:

**Schema einer Anlage zur Gewinnung von höheren Alkoholen**

**EINLAGE**  
**NO 252**

**Diese Zeichnung darf weder kopiert,  
noch dritten unbeteiligten Personen,  
insbesondere Konkurrenzfirmen  
mitgeteilt werden.**

**(§ 1, Absatz 3, Gesetz vom 19. Juni 1901 u. a.)**

**LURGI**

**Gesellschaft für Wärmetechnik m. b. H.**

Steinkohlen-Bergwerk  
Rheinpreussen  
HOMBERG / Niederrhein

Dr.Kt/Sch.

9. Juli 1938

A.S.A. 272 / Anlage zur Gewinnung von höheren  
Alkoholen.

Wir gestatten uns, Ihnen in der Anlage unser Angebot A.S.A. 272 auf eine Anlage zur Gewinnung von höheren Alkoholen aus 14 t/Tag Gasol mit ca. 6,2 t/Tag Olefinen zu überreichen. Dieses neue Angebot ist entsprechend den weiteren Ergebnissen der Versuche in Holten und aufgrund der Besprechung, die wir in letzter Zeit mit Ihrem sehr geehrten Herrn Dr. G r ä m m e hatten, ausgearbeitet worden. Wir hoffen, dass es Ihren Wünschen entspricht.

Wunschgemäß wird das chargenweise Arbeiten bei der Veresterung beibehalten. Die beiden Rührwerksbehälter arbeiten nunmehr parallel und unabhängig voneinander, indem die mit der Gasolpumpe in den Behälter eingefüllte Gasolmenge nacheinander mit bereits gebrauchter und dann mit frischer Schwefelsäure behandelt wird. Wie aus dem beiliegenden Schema A.S.A. 272 ersichtlich ist, wird durch den Gasoldruck im Rührwerksbehälter nach dem Rührvorgang der Schwefelsäure-Ester in die Schwefelsäure-Hochbehälter bzw. der fertige Ester in den Ester-Sammelbehälter gedrückt, welche mit der Druckausgleichs-Leitung verbunden sind. Während der Ester-Behälter dauernd mit der Entgasungsleitung in Verbindung steht, müssen die beiden Schwefelsäure-Hochbehälter durch eine Druckausgleichs-Leitung unter den Druck der Rührwerksbehälter gesetzt werden, wenn die Schwefelsäure in den betreffenden Rührwerksbehälter eingelassen werden soll. Die Aufgabe der frischen Schwefelsäure erfolgt, um auch hier eine unter hohem Druck arbeitende Säurepumpe zu vermeiden, über ein Dosiergefäß, welches

ebenfalls über die Druckausgleichsleitung unter den Druck des Rührwerksbehälters gesetzt wird, um die frische Schwefelsäure in diesen einzulassen. Die Menge der frischen Schwefelsäure kann durch einen verstellbaren Überlauf des Dosiergefässes genau eingestellt werden. Zur Abmessung der Gasolmenge wird jeder Rührwerksbehälter mit einem Standanzeiger versehen, mit dem die in den leeren Behälter eingefüllte Gasolmenge kontrolliert wird. Die vorgesehenen Füll- und Entleerungszeiten gewährleisten für jedes Gemisch eine Rührzeit von mindestens 1 Stunde.

Gegenüber unserem früheren Angebot A.S.A. 271 (fälschlich mit A.C.A. 221 bezeichnet) vom 14.6.38 werden beide Rührwerksbehälter mit Heiz- und Kühlmantel versehen und erhalten einen hochwirksamen Schraubenmischer (wahrscheinlich Ausführung M.A.N.), durch den die wichtige intensive Mischung von Schwefelsäure und Gasol gewährleistet wird. Zur Neutralisation der bei der Entspannung in dem Ester-Sammelbehälter, aus den Schwefelsäure-Hochbehältern und aus dem Schwefelsäure-Dosiergefäss freiwerdenden Gasoldämpfe ist ein Blubber-Tank in der Entgasungsleitung vorgesehen, durch die die Gasoldämpfe dem Gasometer zugeführt werden.

Der Anlageteil für die Verseifung arbeitet nunmehr im Dauerbetrieb, also 24 Stunden pro Tag. Trotzdem ist wieder ein Ester-Sammelbehälter von ca. 8 m<sup>3</sup> vorgesehen, da sich bei den Versuchen in Holten ein starkes Schäumen zeigte. Eine einwandfrei Dosierung der zu mischenden Ester- und Wassermengen wird dadurch erreicht, dass in jede Leitung genau anzeigende registrierende Mengemesser eingebaut werden, nach deren Anzeige der Maschinist die Mengen von der Messstafel aus sofort nachregulieren kann. Die Mischung von Ester und Wasser soll im Hinblick auf den Verseifungsprozess möglichst vollkommen sein. Wir haben deshalb von Arbeiten mit Mischdüsen abgesehen und einen Mischbehälter mit gewöhnlichem Rührwerk angeboten. Die Vorwärmung des Gemisches mittels indirektem Dampf erfordert eine verhältnismässig grosse Heizfläche, da eine Wassermenge bis zu 30 t/Tag zugemischt werden soll. Die Heizfläche wird daher zweckmässig durch Rohrschlangen aus Hartblei gebildet.

Da Sie späteres Arbeiten mit Ätherzusatz beabsichtigen, ist bei der Vorwärmung mit Dämpfbildung zu rechnen. Eine billige Ausführung des Vorwärmers, bei der das Gemisch durch die Rohrschlangen fließt, ist daher nicht möglich. Vielmehr muss der Vorwärmer als verbleiter Behälter ausgeführt werden, bei dem der Heißdampf durch die Rohrschlangen, die Flüssigkeit im Behälter fließen. Der Vorwärmerbehälter muss ferner am oberen Ende einen Raum für die Sammlung der Ätherdämpfe besitzen. Die Kochkessel erhalten wünschenswertes beide je  $2,5 \text{ m}^3$  Rauminhalt. Die Ausführung der Kochkessel werden wir aus Schmiedeeisen mit homogener Verbleitung vornehmen, da die Ausführung aus emailliertem Gusseisen kaum einen Preisunterschied ausmacht und wir auf diese Weise Emaillierung vermeiden. Die entstehenden Alkoholdämpfe werden nunmehr durch einen Blubber-Tank zur Neutralisation geleitet und in einem schmiedeeisernen Röhrenkondensator niederschlagen.

Die Neutralisation des Polymer-Benzins und des paraffinischen Gasols, erfordert, wie sich aus unseren letzten Besprechungen ergab, wegen der darin enthaltenen Schwefelverbindungen eine Neutralisationstemperatur von ca.  $150 - 170^\circ \text{C}$ . Dementsprechend soll das Gasol aus dem Gasol-Sammelbehälter direkt in die Stabilisierkolonne gegeben werden, deren Destillierblase und Kolonnenunterteil daher gegen Schwefelsäure und  $\text{SO}_2$ -Dämpfe beständig sein müssen. Die aufsteigenden Gasoldämpfe werden in einem Blubber-Tank neutralisiert und dem Kolonnenoberteil zugeführt, das ohne Säureschutz ausgeführt werden kann. Das die Destillierblase verlassende Bodenprodukt (Polymer-Benzin) kann mit  $150 - 170^\circ \text{C}$  einer Neutralisation zugeführt werden, die infolge der kleinen Polymer-Benzinmenge geringe Dimensionen besitzen wird.

Die erwähnte säurefeste Ausführung der Destillierblase und des Kolonnenunterteils konnte noch nicht völlig klaggestellt werden; deshalb haben wir diese Teile aus unserem vorliegenden Angebot noch herauslassen müssen. Der Säureschutz kann durch Emaillierung vorgenommen werden, Verbleitung oder säurebeständigen Stahl. Die Emaillierung ist unvorteilhaft, da sie auf Flusseisen

anzubringen ist; die Verbleiung erreicht bei Temperaturen von ca. 180 °C ihre Sicherheitsgrenze. Daher erscheint uns eine Ausführung in säurefestem Stahl, etwa V 16 A oder Bühlerstahl SAS 8 am geeignetsten. Wir werden in den nächsten Tagen klären, ob eine Ausführung in diesem Sonderstahl von dem Dampfkessel-Überwachungsverein als zulässig anerkannt wird; anderenfalls müsste an Plattierung gedacht werden. Von dem Material selbst werden uns Proben zur Verfügung gestellt, deren Beständigkeit evtl. in einer kleinen Versuchs-Apparatur (vielleicht in Holten) nachgeprüft werden kann.

Die Konzentrierung der Schwefelsäure von 25 - 40 % auf 75 % muss in 2 Stufen vorgenommen werden, da ein verbleiter Verdampfer mit Sicherheit nur bis ca. 63 %ige Konzentrierung benutzt werden darf. Die Vorkonzentrierungs-Anlage ist so bemessen, dass die Reserve in der Heizfläche etwa 15 % beträgt. Wir hoffen, dass diese Reserve für eine evtl. Verschmutzung der Heizfläche durch Harze gross genug ist. Auf jeden Fall empfiehlt es sich zwischen Verseifung und Schwefelsäure-Vorkonzentrierung noch ein Filter einzubauen.

Die Nachkonzentrierung der Schwefelsäure erfolgt zweckmässig in der Weise, dass ein Teil der 63 %igen Schwefelsäure auf 96 % in einem gasbeheizten Kocher eingedampft werden und dann mit dem Rest der 63 %igen Schwefelsäure in einem solchen Mengenverhältnis gemischt werden, dass die Mischung 75 %ig wird. Sowohl die Schwefelsäure-Vorkonzentrierung wie die Schwefelsäure-Nachkonzentrierung wird somit in Anlagen durchgeführt, die sich hierfür bereits bestens bewährten.

Die Platzeinteilung der gesamten Anlage wird am besten so gewählt, dass die Anlageteile A - C, also die Verseifung, die Veresterung und die Stabilisierung, auf dem zur Verfügung stehenden Raum von 20 x 30 m<sup>2</sup> aufgestellt werden, wie auf unserer Zeichnung A.S.2701 vorgeschlagen ist. Auf diesem Raum ist dann genügend Platz für die Auslegung der Anlage auf doppelte Grösse. Die Anlageteile D und E werden auf einem

in der Nähe liegenden Gelände aufgestellt, zusammen mit der Alkohol-Destillationsanlage. Der Platzbedarf beträgt für die Vorkonzentrierungs-Anlage ca.  $5 \frac{1}{2} \times 6 \text{ m}^2$ , für die Nachkonzentrierungs-Anlage ca.  $9 \times 6 \text{ m}^2$ .

Wir haben unsere Vorschläge in der schematischen Zeichnung A.S.2702 und in dem Situationsplan A.S. 2701 zusammengefasst und bitten Sie, unser Angebot anhand dieser Zeichnungen zu überprüfen. Angelegte Zeichnungen werden wir Ihnen noch nachreichen.

Zu einer Besprechung über unser Angebot stehen Ihnen unsere Herren Dr. Kohrt und C.Müller gern zur Verfügung. Wir haben Ihrem sehr geehrten Herrn Dr. G r i m m e vorgeschlagen, dass diese Besprechung bereits am kommenden Dienstag den 12.d.Mts. bei Ihnen stattfindet. Ihr Einverständnis hierzu werden wir uns am Montag telefonisch einholen.

Nachtragen möchten wir noch, dass wir dem Angebot eine kurze Aufstellung über den Energiebedarf und den Materialbedarf an Blei und Eisen beigelegt haben.

Mit Deutschem Gruss

L U R G I

Gesellschaft für Wärmetechnik m.b.H.

Anlage:

- 1 Angebot A.S.A.272, 17 Seiten
- Allgem.Lieferbed. Nr.6
- 1 Aufstellung über Energie- und Materialbedarf
- 1 Zogh. A.S.2701
- 1 " A.S.2702

Steinkohlen-Bergwerk  
Rheinpreussen,  
Abtlg. Treibstoffwerk,  
H o m b e r g / Niederrhein.

Durch Eilboten zu bestellen!  
\*\*\*\*\*

- Dr.K/R8. 27. Juni 1938.

A.S. Alkoholerzeugung.

Bezugnehmend auf die Besprechungen zwischen Ihrem sehr geehrten Herrn Dr. G r i m m e und unserem Herrn Dr. Kohrt möchten wir Ihnen anhand der beiden beiliegenden Skizzen die Verwendung von Druck-Stickstoff für die Förderung der Flüssigkeiten in dem Veresterungsteil der Anlage anstelle der säurefesten Pumpen vorschlagen. Der Vorteil liegt darin, dass die säurefesten Pumpen für Drücke bis zu 20 Atm., die eine Sonderausführung bedeuten würden, in Fortfall kämen, und dass man die Behälter über Flur anordnen könnte mit Ausnahme des Schwefelsäure-Zwischenbehälters zwischen den beiden Rührwerken.

Veresterung bei chargenweisem Arbeiten:

Die Bedienung würde sich folgendermassen abspielen:

Nach Beendigung des Rührvorganges wird der Ablasshahn 1 unterhalb des Rührwerkes II geöffnet, so dass die Schwefelsäure in den als Hochbehälter ausgebildeten Schwefelsäure-Zwischenbehälter gedrückt wird, der mit der Entspannungsleitung in Verbindung steht. Die bei der Entspannung frei werdenden Gasoldämpfe entweichen in die Entspannungsleitung.

Sobald der Trennstrich am Schauglas des Rührwerkes II sichtbar wird, schliesst man das Ventil 1 und öffnet das Ventil 2, damit das paraffinische Gasol und das Polymer-Benzin dem Neutralisator zufließt. Der Neutralisator steht durch die Dämpfe- und durch die Flüssigkeitsleitung mit der Kolonne in Verbindung, an deren

./.

[The page contains several paragraphs of text that are extremely dark and heavily obscured by noise, making the content illegible. The text appears to be a formal document or report.]

können als im Rührwerk I herrscht. Füllt sich das Rührwerk I somit wieder voll Flüssigkeit, wird der Stickstoff durch das offen gebliebene Ventil 10 in den Druckstickstoffbehälter zurückgedrückt, wobei der Druck in dem letzteren um einige Atmosphären steigen kann.

Ko: Kontinuierliche Arbeitsweise.  
~~Heinrich Friedrichs, Dampfungspenke, C.M.~~

Hierbei wird die Druckregelung in den einzelnen Behältern einfacher, da im Rührwerk I dauernd ca. 20 atü. (Stickstoffdruck), im Rührwerk II ca. 18 atü. und im Neutralisator und in der Kolonne ca. 16 atü. durch Druckregler gehalten werden können. Die frische Schwefelsäure muss jetzt aus dem Lagerbehälter gegen den Druck von 18 atü. des Rührwerkes II gefördert werden. Will man eine säurefeste Kolbenpumpe (Sonderausführung) vermeiden, so muss man den Schwefelsäure-Lagerbehälter druckfest bauen und unter Stickstoffdruck von 20 atü. halten, damit die Schwefelsäure ohne Pumpe dem Rührwerk II zugeführt wird.

Bei der kontinuierlichen Arbeitsweise ist es ferner erforderlich, zwei Schwefelsäure-Zwischenbehälter zwischen Rührwerk I und II vorzusehen, die wechselweise durch Druckausgleich unter 20 atü. gesetzt werden, so dass die Flüssigkeit in das Rührwerk I fließt. Beispielsweise kann durch eine Alarvorrichtung der Bedienungsmann darauf aufmerksam gemacht werden, dass der druckentlastete Schwefelsäure-Zwischenbehälter bis zur gewünschten Höhe mit Flüssigkeit gefüllt ist, so dass er die Umschaltung vornimmt.

Wir bitten Sie, unsere Vorschläge für das Arbeiten mit Druckstickstoff anstelle von Pumpen in diesem Teil der Anlage zu prüfen, und uns baldigst Ihre Stellungnahme mitzuteilen.

Heil Hitler !

L U R G I  
Gesellschaft für Wärmetechnik m.b.H.



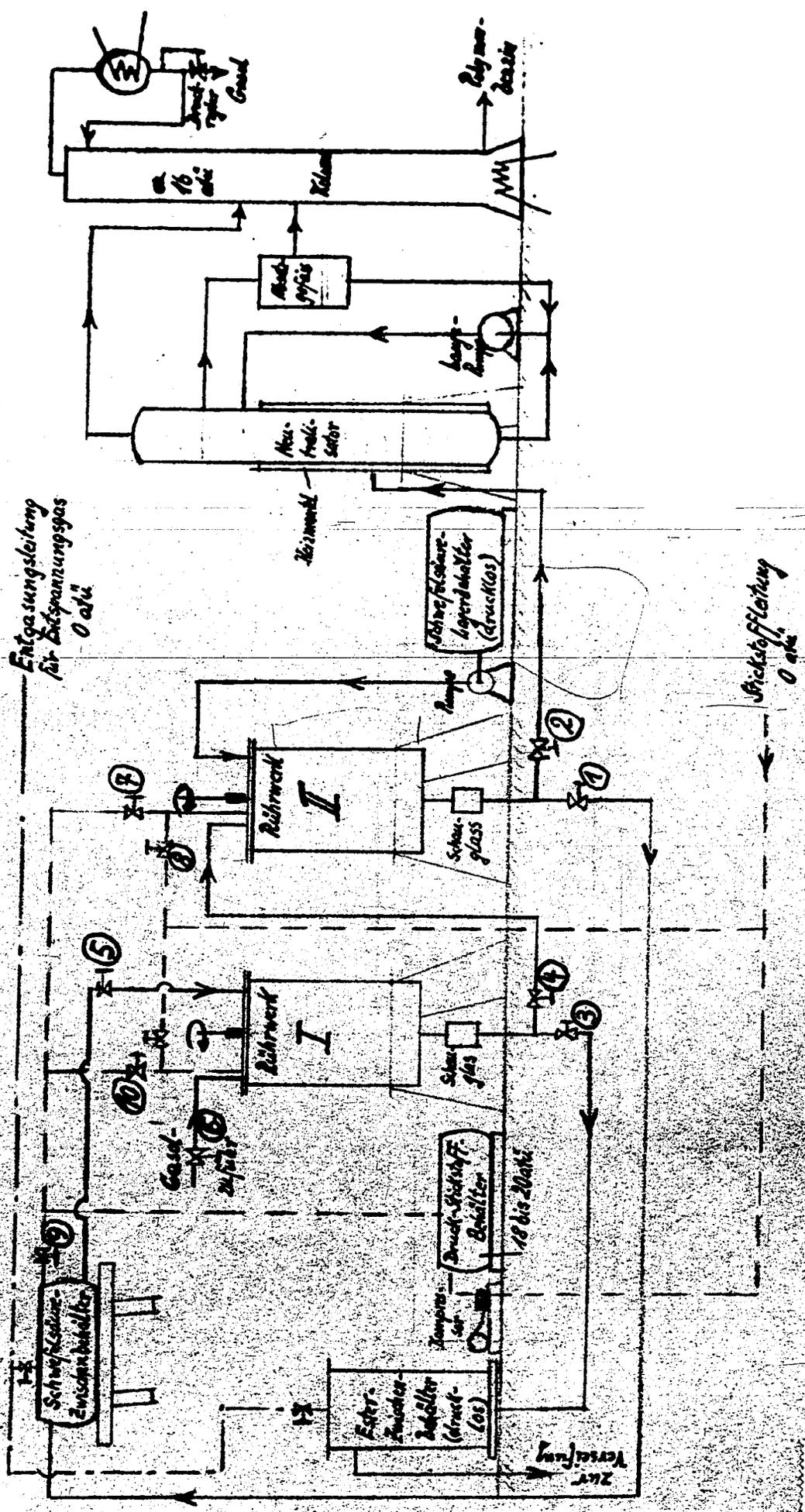
**Diese Zeichnung darf weder kopiert,  
noch dritten unbeteiligten Personen,  
insbesondere Konkurrenzfirmen  
mitgeteilt werden.**

§ 1, Absatz 3, Gesetz vom 19. Juni 1901 u. a.)

**LURGI**

Gesellschaft für Wärmetechnik m. b. H.

Lurgihaus  
Vordr. Nr. 201  
50 Heft 6 & 50 Bl.  
9. 37. WB.



*AS. Veresterung bei dergewöhnlichem Arbeiten.*

Einlage  
No 988

**Diese Zeichnung darf weder kopiert,  
noch dritten unbeteiligten Personen,  
insbesondere Konkurrenzfirmen  
mitgeteilt werden.**

(§ 1, Absatz 3, Gesetz vom 19. Juni 1901 u. a.)

**LURGI**

**Gesellschaft für Wärme-technik m. b. H.**

# LURGI

GESELLSCHAFT FÜR WÄRMETECHNIK M.B.H.

GERVINUSSTR. 17-19

FRANKFURT A.M.

SCHLISSFACH 227

DRAHTANSCHRIFT:  
LURGIWÄRME

FERNRUF:  
SAMMELNº ZEPPELIN

POSTSCHECKKONTO:  
FRANKFURT A.M.

BANKVERBINDUNG:  
METALLGESELLSCHAFT A.G.  
FRANKFURT A.M.

Steinkohlen-Bergwerk  
Rheinpreussen,  
Abtlg. Treibstoffwerk,  
H a m b o r n / Niederrhein.

Steinkohlen-Bergwerk Rheinpreussen
Posteingang
29. JUN. 1938
Erlad.

Durch Eilboten zu bestellen!

*Dr. K. Rö.*  
3<sup>te</sup> 29/6/38

JHRE ZEICHEN:

JHRE NACHRICHT VOM:

UNSERE ZEICHEN:

FRANKFURT A.M.

-

-

Dr. K/Rö.

27. Juni 1938. **B**

BETREFF: A.S. Alkoholerzeugung.

Bezugnehmend auf die Besprechungen zwischen Ihrem sehr geehrten Herrn Dr. Grimm und unserem Herrn Dr. Kohrt möchten wir Ihnen anhand der beiden beiliegenden Skizzen die Verwendung von Druck-Stickstoff für die Förderung der Flüssigkeiten in dem Veresterungsteil der Anlage anstelle der säurefesten Pumpen vorschlagen. Der Vorteil liegt darin, dass die säurefesten Pumpen für Drücke bis zu 20 Atm., die eine Sonderausführung bedeuten würden, in Fortfall kämen, und dass man die Behälter über Flur anordnen könnte mit Ausnahme des Schwefelsäure-Zwischenbehälters zwischen den beiden Rührwerken.

## Veresterung bei chargenweisem Arbeiten:

Die Bedienung würde sich folgendermassen abspielen:

Nach Beendigung des Rührvorganges wird der Ablasshahn 1 unterhalb des Rührwerkes II geöffnet, so dass die Schwefelsäure in den als Hochbehälter ausgebildeten Schwefelsäure-Zwischenbehälter gedrückt wird, der mit der Entspannungsleitung in Verbindung steht. Die bei der Entspannung frei werdenden Gasöldämpfe entweichen in die Entspannungsleitung.

Sobald der Trennstrich am Schauglas des Rührwerkes II sichtbar wird, schliesst man das Ventil 1 und öffnet das Ventil 2, damit das paraffinische Gasöl und das Polymer-Benzin dem Neutralisator zufließt. Der Neutralisator steht durch die Dämpfe- und durch die Flüssigkeitsleitung mit der Kolonne in Verbindung, an deren

Ende ein Druckregler vorgesehen ist. Der Druck im Neutralisator und in der Kolonne dürfte somit ca. 16 atü. betragen. Falls der Druck im Rührwerk II auf diesen Druck herabsinkt, so wird vom Druck-Stickstoffbehälter her auf das Rührwerk II Druckstickstoff durch Ventil 7 nachgegeben. Nach völliger Entleerung des Rührwerkes II werden alle Ventile geschlossen und der Stickstoff aus dem Rührwerk durch das Ventil 8 in die drucklose Stickstoffleitung vor dem Stickstoffkompressor abgeblasen. Sodann fördert die Kreiselpumpe bei Atmosphärendruck aus dem Schwefelsäure-Lagerbehälter ~~neue Schwefelsäure in das Rührwerk II.~~ Danach wird das Ventil 8 wieder geschlossen.

Aus dem Rührwerk I wird der Ester über das Ventil 3 in den Ester-Zwischenbehälter gedrückt. Der Ester-Zwischenbehälter steht dauernd mit der Entspannungsleitung in Verbindung, in welche das bei der Entspannung frei werdende Gasol entweichen kann. Sobald im Schauglas der Trennstrich sichtbar wird, schliesst man Ventil 3 und öffnet Ventil 4, so dass das Gasol zum Rührwerk II überströmt. Im Rührwerk II kann nur der Druck entstehen, welchen das Gasol bei 40 °C äussert. Setzt man daher das Rührwerk I mit Hilfe des Druckstickstoffes unter höherem Druck, so dürfte ein einwandfreies Heraüberdrücken der Flüssigkeit gewährleistet sein. Das Rührwerk I hat einen Rauminhalt von ca. 4 m<sup>3</sup>; daher muss der Druckstickstoffbehälter genügend Speicherung besitzen, damit durch die Auffüllung des Rührwerkes I mit Stickstoff der Druck nicht unter einen Mindestwert absinkt. Wird dieser Mindestwert erreicht, so springt der Kompressor automatisch an und hält den Druck auf dem Mindestwert (ca. 18 atü.)

Nach Entleerung des Rührwerkes I setzt man den Schwefelsäure-Zwischenbehälter durch Öffnen des Ventiles 9 ebenfalls unter den Stickstoffdruck. Durch diesen Druckausgleich kann nach Öffnen des Ventiles 5 die Schwefelsäure durch ihr Gefälle in das Rührwerk I fließen. Hierauf wird durch das Ventil 6 die nötige Gasolmenge zugeführt, und zwar muss die Gasolförderpumpe (in Schema nicht gezeichnet) auf einen etwas höheren Druck fördern

./.

Steinkohlenbergwerk Rheinpreussen 27.6.38 3.

können als im Rührwerk I herrscht. Füllt sich das Rührwerk I somit wieder voll Flüssigkeit, wird der Stickstoff durch das offen gebliebene Ventil 10 in den Druckstickstoffbehälter zurückgedrückt, wobei der Druck in dem letzteren um einige Atmosphären steigen kann.

Kontinuierliche Arbeitsweise.

Hierbei wird die Druckregelung in den einzelnen Behältern einfacher, da im Rührwerk I dauernd ca. 20 atü. (Stickstoffdruck), im Rührwerk II ca. 18 atü. und im Neutralisator und in der Kolonne ca. 16 atü. durch Druckregler gehalten werden können. Die frische Schwefelsäure muss jetzt aus dem Lagerbehälter gegen den Druck von 18 atü. des Rührwerkes II gefördert werden. Will man eine säurefeste Kolbenpumpe (Sonderausführung) vermeiden, so muss man den Schwefelsäure-Lagerbehälter druckfest bauen und unter Stickstoffdruck von 20 atü. halten, damit die Schwefelsäure ohne Pumpe dem Rührwerk II zugeführt wird.

Bei der kontinuierlichen Arbeitsweise ist es ferner erforderlich, zwei Schwefelsäure-Zwischenbehälter zwischen Rührwerk I und III vorzusehen, die wechselweise durch Druckausgleich unter 20 atü. gesetzt werden, so dass die Flüssigkeit in das Rührwerk I fließt. Beispielsweise kann durch eine Alarmvorrichtung der Bedienungsmann darauf aufmerksam gemacht werden, dass der druckentlastete Schwefelsäure-Zwischenbehälter bis zur gewünschten Höhe mit Flüssigkeit gefüllt ist, so dass er die Umschaltung vornimmt.

Wir bitten Sie, unsere Vorschläge für das Arbeiten mit Druckstickstoff anstelle von Pumpen in diesem Teil der Anlage zu prüfen, und uns baldigst Ihre Stellungnahme mitzuteilen.

Heil Hitler !

LURGI  
Gesellschaft für Wärmetechnik m.b.H.

# LURGI

GESELLSCHAFT FÜR WÄRMETECHNIK M.B.H. A.

GERVINUSSTRASSE 7-10 G. 17  
FRANKFURT A.M. SCHLISSFACH 227  
DRAHTANSCHRIFTSTEININGANG  
LURGIWÄRME SAMMEC N° ZEPPELIN 50351

POSTSCHECKKONTO:  
44804 FRANKFURT A.M.

BANKVERBINDUNG:  
METALLGESELLSCHAFT A.G.  
FRANKFURT A.M.

Firma

Eried.

Steinkohlenbergwerk RHEINPREUSSEN,  
Abteilung Treibstoffwerk,  
H o m b e r g / Niederrhein.

STEINKOHLBERGWERK  
RHEINPREUSSEN  
Posteingang.  
15. JUN. 1938 Vm.

JHRE ZEICHEN:

JHRE NACHRICHT VOM:

UNSERE ZEICHEN:

Dr.Kt/Py.

BETREFF: A.G.A. 221 - Anlage zur Gewinnung von höheren Alkoholen

Wir gestatten uns, Ihnen wunschgemäss in der Anlage unser Angebot

S. 271  
A.G.A. 221

auf eine Anlage zur Gewinnung von höheren Alkoholen aus 14 t/Tag Gasol mit ca. 6,2 t/Tag Olefinen zu überreichen.

Die dem Angebot zugrunde gelegte Arbeitsweise und der Umfang des Angebotes seien nachstehend anhand des beigefügten Schemas erläutert:

Die Anlage besteht aus folgenden Teilen:

- A) Veresterung,
- B) Verseifung,
- C) Schwefelsäure-Konzentrierung,
- D) Stabilisierung.

In die Veresterung gelangen das Gasol und die etwa gleiche Menge 75%ige Schwefelsäure. Gasol und Schwefelsäure werden im Gegenstrom 2stufig in Rührwerksbehältern gemischt. Während das Gasol zuerst in das Rührwerk 1 und dann in das Rührwerk 2 gegeben wird, ist der Weg der Schwefelsäure entgegengesetzt. Der Betrieb ist chargenweise. Es sind 12 Chargen pro 24 Stunden vorgesehen, sodass für jede Charge einschliesslich der Füll- und Entleerungszeiten etwa 2 Stunden zur Verfügung stehen.

EMPFANGER

Fa. Steinkohlenbergwerk  
RHEINPREUSSEN,  
H o m b e r g / Niederrh.

DATUM

14/6/38.

BLATT

2

Zur Beschleunigung der Reaktion wird eine intensive Mischung mittels Rührwerk vorgenommen. Zur Aufnahme der Schwefelsäure nach ihrem Aufenthalt im Rührwerk 2 dient ein Zwischenbehälter; von dort wird sie durch eine Pumpe in das Rührwerk 1 gegeben. Die Temperatur bei dem Mischvorgang ist zu 40°C angenommen, der Druck in den Behältern ist infolge des Gasols zu 15-20 atü angenommen. Der gebildete Ester wird aus dem Rührwerk 1 in den Esterzwischenbehälter abgelassen. Das un-  
verbrauchte Gasol (die paraffinischen Anteile) wird aus dem Rührwerk 2 einem Neutralisator zugeführt, in dem es mit Natronlauge behandelt wird. Die Verseifung arbeitet kontinuierlich etwa 16 Stunden pro Tag. Der Ester wird aus dem Zwischenbehälter entnommen, mit Wasser versetzt und in dem Wärmeaustauscher und dem Vorwärmer auf etwa 100-110° vorgewärmt. Mit dieser Temperatur gelangt das Esterwassergemisch in die Kocher 1 und 2, in denen die Verseifung stattfindet. Die gebildeten Alkoholwasserdämpfe werden in dem als Wärmeaustauscher ausgebildeten Kondensator und dem nachgeschalteten Kühler niedergeschlagen und gekühlt. Ein Teil des Kondensates wird mit Natronlauge versetzt und im Kreislauf durch Wärmeaustauscher und Kühler geführt. In dem Abscheider werden etwaige Spuren von Benzin oder Gasol aus dem wässrigen Alkohol entfernt. Der wässrige Alkohol gelangt von hier aus zur Alkohol-Destillations-Anlage, die in unserem Angebot jedoch nicht mit enthalten ist. Die bei der Verseifung zurückgebliebene verdünnte Schwefelsäure gelangt in die unter Vacuum arbeitende Schwefelsäure-Konzentrierung. Da möglicherweise die aus dem Verseifungsprozess kommende Schwefelsäure durch harzähnliche Bestandteile verunreinigt sein kann, wird es sich empfehlen, ein Filter mit Bleicherde oder Aktivkohle vor die Konzentrier-Anlage zu schalten. Da die Grösse der Verunreinigungen sowie die Eignung der beiden genannten Filtriermittel bisher noch nicht eingehend untersucht ist, haben wir in unserem Angebot dieses Filter noch nicht mit angeboten.

EMPFÄNGER

Fa. Steinkohlenbergwerk  
RHEINPREUSSEN,  
H o m b e r g / Niederrhein.

DATUM  
14/6/38.

BLATT  
3

In der Schwefelsäure-Konzentrierung wird die Säure von etwa 25-30% auf ca. 63% eingedampft. Für die ursprünglich gewünschte Eindampfung auf 75% ergeben sich für den Bau der Eindampf-Anlage bauliche Schwierigkeiten, die wir in der zur Verfügung stehenden Zeit bisher noch nicht klären konnten. Wir werden dies noch eingehender prüfen.

Wir schlagen Ihnen jedoch vor, die gewünschte Endkonzentration von 75% eventuell dadurch zu erreichen, dass man der auf 63% eingedampften Schwefelsäure entsprechende Mengen frischer Schwefelsäure mit höherer Konzentration als 75% zusetzt.

Die Stabilisier-Anlage arbeitet zweckmässig im Dauerbetrieb und erhält vollautomatische Regelung. Zum Übergang von dem Chargenbetrieb der Veresterung zum kontinuierlichen Betrieb ist zwischen dem Neutralisator und der Stabilisier-Kolonne ein Speicherbehälter vorgesehen.

Wir bitten um freundliche Prüfung unseres Angebotes und unserer Vorschläge. Wir möchten jedoch unter Bezugnahme auf die Unterredung, welche Ihr sehr geehrter Herr Dr. G r i m m e mit Herrn Dr. T r a m m von der Ruhrchemie in dieser Angelegenheit hatte, bemerken, dass noch diese oder jene Änderungen und Verbesserungen an der apparativen Gestaltung des Verfahrens zu erwarten sind. In diesem Falle müsste unser vorliegendes Angebot entsprechend korrigiert werden.

Zu einer Besprechung stehen Ihnen unsere Herren jeder Zeit zur Verfügung.

Bezugnehmend auf eine kürzliche Unterhaltung Ihres sehr geehrten Herrn Dr. G r i m m e bezüglich des Abschneidens der C<sub>5</sub>-Fraktion mit unserem Herrn Dr. HERBERT möchten wir erwähnen, dass es kaum möglich ist, diese Fraktion als weiteres Seitenprodukt unserer im Bau befindlichen Stabilisier-Anlage zu gewinnen. Vielmehr empfiehlt

LURGI  
GESELLSCHAFT FÜR WÄRMETECHNIK  
M. B. H.

EMPFANGER

Fa. Steinkohlenbergwerk  
RHEINPREUSSEN,  
H o m b e r g / Niederrhein.

DATUM

14/6/38.

BLATT

4

es sich, diese Fraktion in einer der Gasolkolonne nachgeschalteten besonderen Kolonne abzutrennen, wobei die im Blasenprodukt der Gasolkolonne enthaltenen Butanmengen als Topprodukt und die C<sub>5</sub>-Fraktion als Seitenprodukt aus der nachgeschalteten Kolonne entnommen werden. Wir schätzen die Kosten einer solchen Nachkolonne mit allem Zubehör für die Verarbeitung von 70 t/Tag Stabil-Benzin auf ca. RM.100.000.---

H e i l H i t l e r !

LURGI  
Gesellschaft für Wärmetechnik, m. b. H.

Anlage:

1 Angebot A.C.A.221.

EINLAGE  
NO 253

# LURGI

GESELLSCHAFT FÜR WÄRMETECHNIK M.B.H.

GERVINUSSTR. 17-19

FRANKFURT A.M.

SCHLIESSEFACH 227

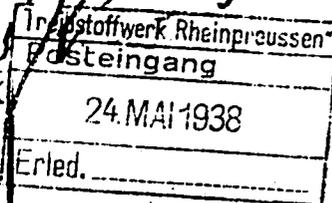
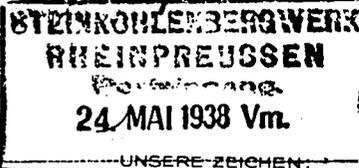
DRAHTANSCHRIFT:  
LURGIWÄRME

FERNRUF:  
SAMMELNO. ZEPPELIN 50351

POSTSCHECKKONTO:  
44804 FRANKFURT A.M.

BANKVERBINDUNG:  
METALLGESELLSCHAFT A.G.  
FRANKFURT A.M.

Steinkohlenbergwerk Rheinpreussen  
Abt. Treibstoffwerk,  
H o m b e r g / Niederrhein.



JHRE ZEICHEN:

JHRE NACHRICHT VOM:

UNSERE ZEICHEN:

FRANKFURT A.M.

CM/T

23. Mai 1938

BETREFF: A.C. - Alkohol-Verfahren.

Wunschgemäß gestatten wir uns, Ihnen im folgenden einige Unterlagen über die Kosten einer Anlage zur Gewinnung von höheren Alkoholen nach dem Verfahren der Ruhrchemie A.G., Oberhausen-Holten, zu geben. Bei der Aufstellung dieser Unterlagen sind wir von den Angaben ausgegangen, die wir von Ihnen erhalten haben, und zwar haben wir mit einer täglichen Menge von etwa 9 t gutgeschnittenem Gasol gerechnet, das ungefähr 4 t  $C_3/C_4$ - Olefine enthalten soll. Das Mol-Verhältnis  $C_3/C_4$  beträgt etwa 50:50, der Anteil an Olefinen im  $C_3$  ca. 40%, derjenige im  $C_4$  ca. 50%.

Legt man diese Verhältnisse zugrunde, so kann mit einer Ausbeute von täglich etwa 4,4 t  $C_3/C_4$ - Alkohol gerechnet werden, die in einer Konzentration von 80% anfallen. Ausserdem wird bei dem Prozess noch ungefähr 0,6 t Polymer-Benzin gewonnen werden, das in einer besonderen Anlage von dem Propan/Butan -Gemisch getrennt und von den Schwefelverbindungen befreit wird. Die aus dem Prozess austretende verdünnte Schwefelsäure wird in einer nachgeschalteten Konzentrierungs-Anlage auf ca. 50% wieder eingedampft.

Die Anlage zur Gewinnung von täglich etwa 4,4 t  $C_3/C_4$ -Alkohol würde demnach aus folgenden Teilen bestehen:

- 1.) einer Absorptionsanlage zur Behandlung des Gasols mit Schwefelsäure,
- 2.) einer Verseifungs- und Destillations-Anlage der rohen Alkohole,
- 3.) einer Konzentrierungs-Anlage für die anfallende verdünnte Schwefelsäure,
- 4.) einer Anlage zur getrennten Gewinnung von nahezu olefinfreiem flüssigen Gasol und Polymer-Benzin in schwefelfreiem Zustande.

Wunschgemäß haben wir überschlagsweise die Kosten einer derartigen Anlage berechnet. Hierbei sind wir auf einen Preis von etwa RM 268.000.-- gekommen. In dem Preis ist nicht enthalten; die Anlage zur acetropischen Destillation der rohen Alkohole, dagegen haben wir bereits die Montagekosten und sämtliche Leitungen und Absperrorgane innerhalb der Anlage berücksichtigt. Auch Fracht, Verpackung etc. sind eingerechnet.

Gebäude, Fundamente, die Maurerarbeiten, Eisenkonstruktionen und Bedienungs-Plattformen einschliesslich der Unterstützungen für die Rohrleitungen, die Motoren, die Beleuchtung und Isolierung der Anlage etc. konnten in der Berechnung ebenfalls noch nicht berücksichtigt werden.

Wir hoffen, Ihnen mit obigen Unterlagen zunächst einmal eine Kalkulationsbasis für die Prüfung des Verfahrens der Ruhrchemie A.G. gegeben zu haben. Wir sind gern bereit, Ihnen nach genauer Kenntnis der bei Ihnen vorliegenden Verhältnisse ein verbindliches Angebot auszuarbeiten und, falls Sie es wünschen, auch eine Wirtschaftlichkeits-Berechnung aufzustellen. Wir stehen auch gern zu einer näheren mündlichen Aussprache zur Verfügung.

Indem wir gern in Erwartung Ihrer Rückäusserung bleiben, zeichnen wir

Heil Hitler !  
L U R G I  
Gesellschaft für Wärmetechnik m.b.H.

Berlin, den 28. April 1938.

- 7 - Dr.B./Z.

Alkohol-Anlage "Rheinpreussen".

Verfahren: Flüssiges Gasol und D = 0,55 wird im Gegenstrom mit  $H_2SO_4 - (C_2H_5)_2O$  D = 1,55 gewaschen. Die Waschkdauer soll ca. 180 sec. betragen. Die ungesättigten Anteile des Gasols ca. 45 % der Gesamtmenge, mittleres Molgewicht 50, werden bei der Waschung bei 30 - 40° C. von dem Säuregemisch aufgenommen. Das Säuregemisch mit dem aufgenommenen Gasol in der folgenden Zusammensetzung

$1 H_2SO_4 - \frac{1}{2} (C_2H_5)_2O + 1 C_nH_m$  Gesamtdichte = 1,30 verlässt die Waschkolonne am Boden. Die nicht absorbierten Gasole (die gesättigten Anteile + 10 % des ungesättigten) treten aus einem Drucküberlauf am Kopf der Kolonne aus. Im Kopf der Kolonne befindet sich ein Trennschichtregler, der in der Schwefelsäuregemisch - Gasol Trennschicht schwimmt. Auftrieb des Schwimmers = 1kg/ltr. Dieser Regler steuert die am Boden der Waschkolonne austretende Menge des fertigen Reaktionsgemisches.

Technische Daten:

Gasolmenge:	= 420 kg/h	= 750 l/h	= $8,4 \cdot 10^3$ Mol/h	= D = 0,55
Olefine:	= 190 "	= 340 "	= $3,7 \cdot 10^3$ "	= D = 0,55
Rest:	= 230 "	= 410 "	= $4,7 \cdot 10^3$ "	= D = 0,55
$H_2SO_4$	= 355 "	= 190 "	= $3,3 \cdot 10^3$ "	= D = 1,85
$(C_2H_5)_2O$	= 125 "	= 175 "	= $1,65 \cdot 10^3$ "	= D = 0,72
Mischung:	= 4,85 "	= 312 "	= $4,95 \cdot 10^3$ "	= D = 1,55

Abzuführende Reaktionswärme:

- a) bei Mischung  $2H_2SO_4 + \frac{1}{2} (C_2H_5)_2O = (H_2SO_4)_2O(C_2H_5)_2 = 6,4 \text{ cal} = 10,5 \cdot 10^3 \text{ cal/h}$
- b) bei Reaktion  $(H_2SO_4)_2O(C_2H_5)_2 + C_nH_m = (H_2SO_4)_2O(C_2H_5)_2 + C_nH_m + 6 \text{ cal} = 10,0 \cdot 10^3 \text{ cal/h}$

Es treten demnach ein in die Kolonne:

am Kopf = 312 ltr./h Säuregemisch,  
am Boden = 750 " " Gasol,

+ Polymerisat Es treten aus:

am Kopf = 485 ltr/h Restgasol, + 20% Polymerisat  
am Boden = 475 " " Reaktionsprodukt.

Die Absorberkolonne hat

Länge	=	8000 mm
Durchmesser	=	75 mm
Rohrzahl	=	2 Stück
ND	=	80 atü
Material	=	Stahl 60 innen homogen Blei.

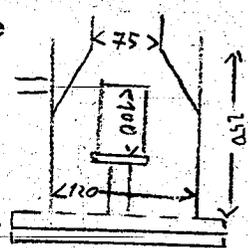
Der Kopf der Kolonne soll so gebaut sein, dass später noch 2 Rohre mehr angeschlossen werden können.

Der Kopf der Kolonne trägt ein Gasüberdruckventil, regulierbar von 10 - 80 atü Überdruck.

Die Pumpe 3 ist zur Förderung von Gasol flüssig bestimmt.

Sie muss ausgelegt sein für 1500 ltr/h, und muss einen Gegendruck von 80 atü überwinden können. Es kann eine Dampfkolbenpumpe nach Art der Kesselspeisepumpen Verwendung finden. Die Pumpen 4 und 5 sind Umlaufpumpen. Sie müssen gleichfalls für ND 80 ausgelegt sein. Fördermenge 2000 ltr/h max., herunter regelbar auf 200 l/h, Gegendruck etwa 2 at max.

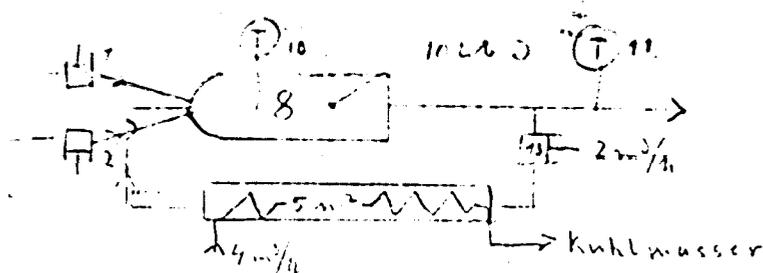
Die Pumpen haben Zulauf. Sie müssen verbleit sein oder aus Gußeisen. Sonderstahl-Material darf nicht verwendet werden (Korrosionsgefahr). Die Einleitung des Gasols in die Kolonne hinter Pumpe 3 und 5 erfolgt durch die verbleite Rohrleitung 6, ND 80, Querschnitt 25 mm  $\phi$ . In der Leitung muss sich eine Mengemessvorrichtung befinden. Die Leitung führt zu den Filterkerzen 5. Die metallischen Teile der Filterkerzen müssen verbleit sein. Filterkerzenmaterial  $\phi$  30 (Quarz). Der Teil der Kolonne, in dem sich die Filterkerze befindet, muss zur Herabsetzung der Strömungsgeschwindigkeit verbreitert werden. Durchmesser der Kolonne = 75 mm, Durchmesser des Filterkastens 120 mm. Der Filterkasten muss sich nach oben konisch verjüngen, um dem zu fein verteilten Gasol, das mit dem Reaktionsprodukt mitgeführt wird, Gelegenheit zu geben, grössere Tröpfchen zu bilden. Um die Kolonne aufzusteigen. Um die Kolonne angebracht, durch welchen je



ist ein Kühlwasserrohr, Rohr 3 m<sup>3</sup> H<sub>2</sub>O/h fließen lassen.

Säuremischer: In diesem Gefäß erfolgt die vorher (Seite 1) angegebene Reaktion a). Sie liefert  $2 \times 10,5 \cdot 10^3$  cal/h. Während der Reaktion darf zur Vermeidung von verlustbringenden Nebenreaktionen die Temperatur nicht über 30° ansteigen. In dem Mischer erfolgt die Kühlung durch Spülschlange oder Rohrbündel mit innerer Wasserführung. Wassermenge = 4 m<sup>3</sup>/h. Kühlfläche = 5 m<sup>2</sup>.

Da der Säuremischer nur für Alkoholverfahren und nicht für Polybi-Verfahren benutzt wird, braucht er blos für ND 25 ausgelegt werden. Um das in den Mischer eintretende Säuregemisch zu verdünnen, wird eine Umlaufpumpe 13 für 2 cbm/h vorgesehen. Der Mischer selber soll möglichst lang gebaut sein (etwa 3000), um hohe Strömungsgeschwindigkeit und gute Mischung zu garantieren. Baumaterial: Stahl verbleit. An dem Mischer sind die beiden Temperaturmessstellen 10 und 11 0-100° und die beiden Mengemessstellen 8 und 9 vorzuzuführen. Die Pumpen 1 und 2 mit je 400 ltr/h max. sind in Guß auszuführen.



Die Kühlung erfolgt durch den Umlauf, um sicher zu sein, dass an keiner Stelle eine zu hohe Temperatur auftritt. Hinter dem Mischer, an Punkt 12, erfolgt die Einmündung der 25 atü Leitung aus dem Mischer in die 80 atü Leitung, die benutzt wird für den Fall, dass Polybi erzeugt wird. Die 80 atü Leitung kommt von einer in Guß ausgeführten Pumpe 16 für 70 % H<sub>2</sub>SO<sub>4</sub>, welche 400 ltr./h gegen 80 atü fördern kann. Hinter der Pumpe befinden sich Mengenmeßstände 14, Erhitzer (Dampf 9 atü) 15 zur Erwärmung von max. 400 ltr. 70 % H<sub>2</sub>SO<sub>4</sub> / h von 20 auf 90° und die Temperaturmeßstelle 17 50 - 150 Grad.

Es gehören zu der Anlage hinzu noch die vor den Pumpen 1, 2, 16 vorgelagerten Behälter für Gasol, Aethyläther und Schwefelsäure. Alle Behälter sollen 10 m<sup>3</sup> enthalten und sind aus gewöhnlichem Eisen auszuführen. Der vor der Pumpe 3 vorgelagerte Behälter ist für 25 atü und 25 m<sup>3</sup> als flüssig Gasolbehälter auszuführen.

Nach-Verarbeitung: a) Kopfprodukt.

Aus der Kolonne tritt gesteuert durch einen Drucküberlauf an Stelle 18 das nicht absorbierte gesättigte Gasol + 10 % des ungesättigten + einem Teil der entstandenen Poly-Benzine + einem kleinen Teil (C<sub>2</sub>H<sub>5</sub>) 20 als homogene Lösung aus. Menge 485 ltr/h.

Diese Produkte werden im Falle der Alkohol-Herstellung über eine Pumpe 19 (Leistung bis 800 ltr/h, Vordruck 6 - 20 atü, Gegendruck 25 atü) ausgeführt in Gußeisen (Kesselspeisepumpe mit Dampftrieb) und im Falle der Polybi-Erzeugung über ein Expansionsventil (Vordruck 60 - 80 atü, Gegendruck 25 atü, Vordruck regelbar) in die Neutralisationskolonne geleitet. Zwischen der Pumpe 19 und dem Überlauf 18 befindet sich ein Ausgleichbehälter 20 als Volumenreserve. Dieser Behälter ist mit dem gasgefüllten Teil des Kolonnenkopfes durch eine Druckausgleichsleitung verbunden. Volum des Ausgleichbehälters 1 m<sup>3</sup>, ND 80, T= 100°.

Hinter der Pumpe 19 tritt das aufzuarbeitende Produkt in eine Druckkolonne zur Fraktionierung ein. Diese Kolonne hat die Eigenart gleichzeitig in der Art der von uns schon gebauten Neutralisatoren mit Na<sub>2</sub>CO<sub>3</sub> berieselt zu werden, um die Reste der gelösten Sulfate zu sersetzen und zu neutralisieren. Die Menge 10 %iger Sodalösung, die benötigt wird, kann noch nicht angegeben werden.

Es sind Leistungen und Pumpen für 25 atü und 1 m<sup>3</sup>/h max. auszuliegen. Die Einführung der Sodalaugue erfolgt am Stutzen 20; am Kopf der Kolonne in der Leitung ist eine Mengenmeßstelle, eine Laugepumpe 22 und 2 Behälter 23 je 15 m<sup>3</sup> mit Umpumpeinrichtung zum Mischen für drucklosen Betrieb vorzusehen.

... 1100 ... 1000 ...  
... 1100 ... 1000 ...  
... 1100 ... 1000 ...

... 1100 ... 1000 ...  
... 1100 ... 1000 ...  
... 1100 ... 1000 ...

... 1100 ... 1000 ...  
... 1100 ... 1000 ...  
... 1100 ... 1000 ...

... 1100 ... 1000 ...  
... 1100 ... 1000 ...  
... 1100 ... 1000 ...

... 1100 ... 1000 ...  
... 1100 ... 1000 ...  
... 1100 ... 1000 ...

... 1100 ... 1000 ...  
... 1100 ... 1000 ...  
... 1100 ... 1000 ...

b) Bodenprodukt.

Am Boden der 3y Kolonne wird gesteuert durch den Feinmisch-  
regler 29, 30 at; Differenz der spez. Geichte der beiden  
flüssigen S.S. (Druckluft oder Magnetregler 30) ein Gemisch  
von Sauer, Äther, Polybi und Sulfatester, abgezogene Menge  
900 ltr/h max. Der Regler dient gleichzeitig als Entspannungs-  
ventil. Nach der Entspannung erfolgt im Apparat die Mischung  
mit Wasser. Die von praktisch dieser Mischung ist analog dem  
von Pos. 8; die Oberfläche in Umlaufblech ist 8 m<sup>2</sup>, die um-  
laufende Geschwindigkeit 6 m<sup>3</sup>/h. Der Inhalt des Beckens für 3  
Wirk-50 ltr. ...



$$\frac{24,9 \cdot 10^4}{275 \cdot 20} \cdot \frac{10^3}{20} = 24,9 \text{ lit/sec.}$$

Temperaturerhöhung  $\Delta T = 200^\circ \text{C} - 50^\circ \text{C} = 150^\circ \text{C}$

Wärmeleitfähigkeit  $\lambda = 1 \text{ cal/cm}^2$

$$Q = 24,9 \cdot 10^4 \cdot 150 = 3,735 \cdot 10^9 \text{ cal/h}$$

$$= \frac{3,735 \cdot 10^9}{5} = 7,47 \cdot 10^8 \text{ kcal/h}$$

Wärmeleitfähigkeit  $235^\circ \text{C}$  (Schmelztemperatur)  $150^\circ \text{C}$  (Temperaturdifferenz)

$$\frac{3,735 \cdot 10^9}{4 \cdot (235 - 150)} = 7,5 \text{ m}^2, \text{ bezugsfläche } 12 \text{ m}^2$$

Wärmeleitfähigkeit (Isopren)  $\lambda = 0,2 \text{ cal/cm}^2$

$$Q = 25 \cdot 10^4 \text{ cal/h}$$

$$\Delta T = 20^\circ \text{C} \quad \lambda = 0,2$$

$$\frac{25 \cdot 10^4}{0,2 \cdot 20} = 6,25 \cdot 10^6 = 62 \text{ m}^2$$

Wärmeleitfähigkeit (Isopren)  $\lambda = 0,2 \text{ cal/cm}^2$

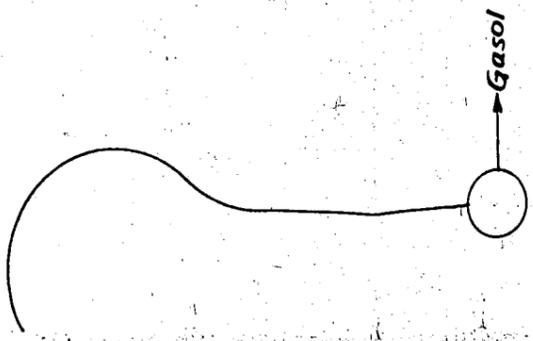
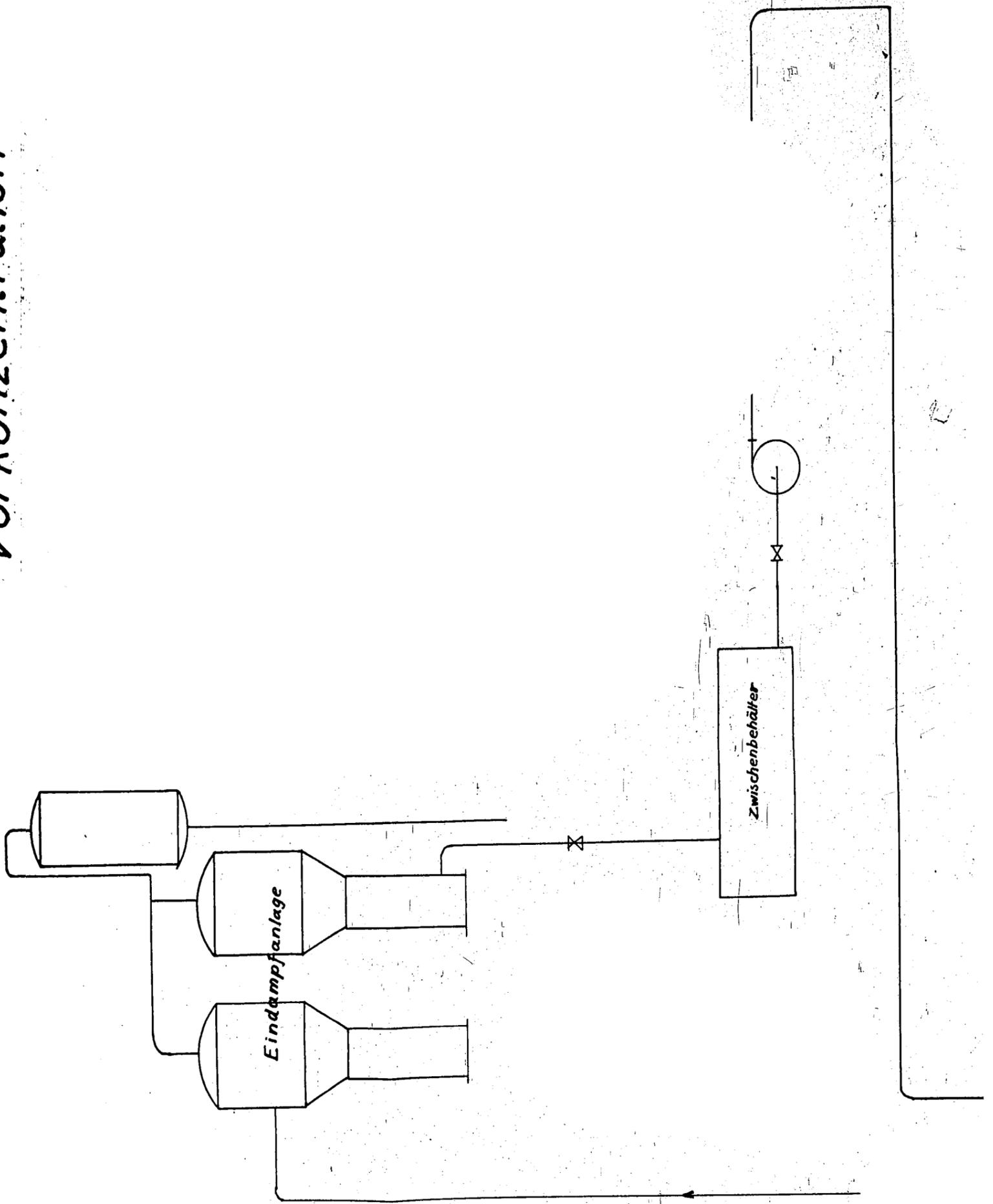
$$\text{Wärmeleitfähigkeit} = 15 \text{ m}^2/\text{h } 150^\circ \text{C}$$

Die Kolonne besitzt in Top einen Verwehler, durch den die Dampfränge zum Heizen des Dampfes abgeleitet wird. (Lambson- oder Lammson-Regler)

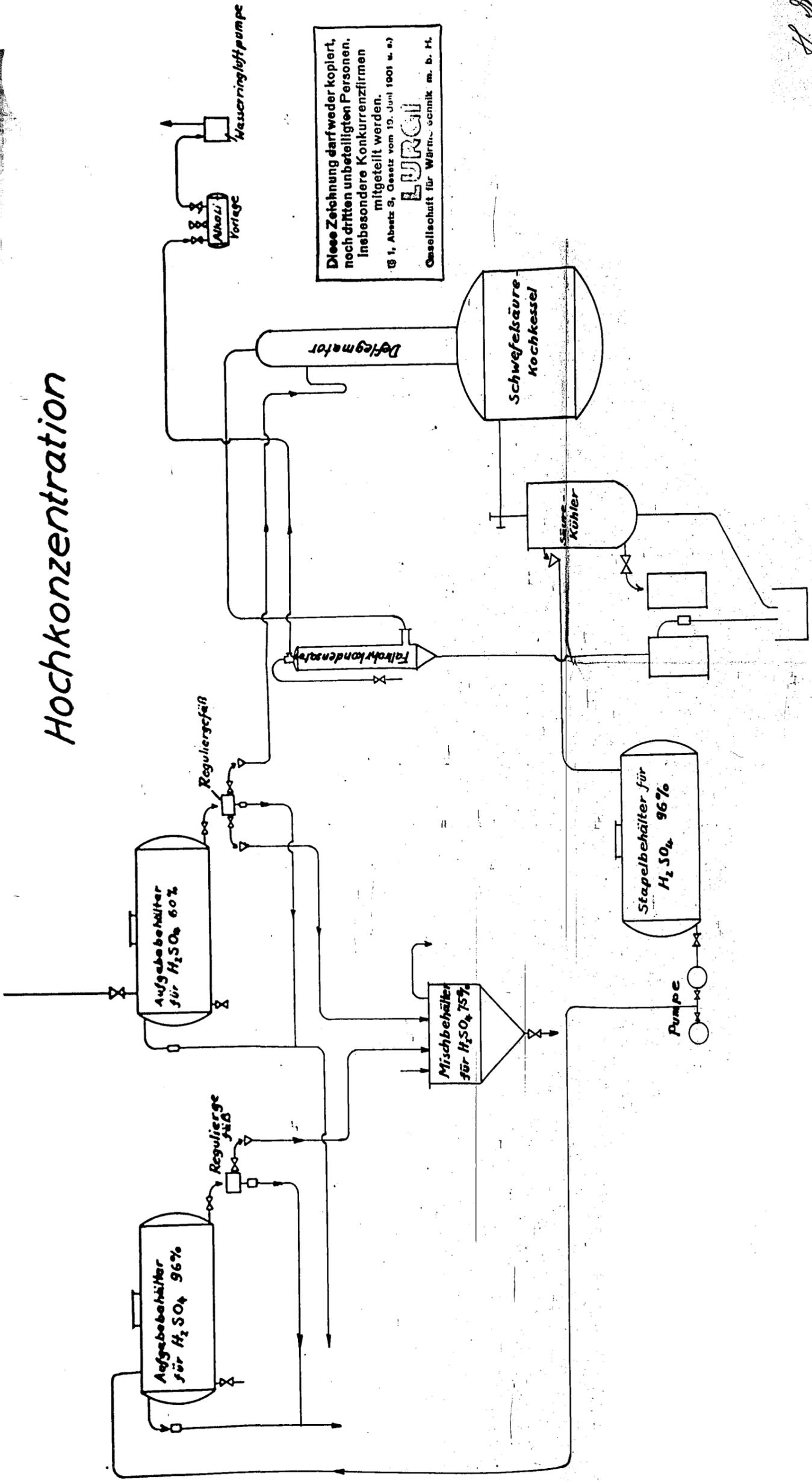
Die Abgasleitungen der gesamten Anlage werden zum Gasbehälter 39 (50 m<sup>3</sup> Inhalt) abgeführt. Da die Gase zum Teil SO<sub>2</sub> enthalten, müssen sie mit NaOH neutralisiert werden. Hierzu ist die kleine Kolonne 40, 8 Böden 30 cm  $\phi$ , vorgesehen. Als Neutralisationsmittel kann die aus dem Polybenzin-Scheidgefäß ablaufende Lauge benutzt werden. Hierfür ist, da die Druckkolonne mit NaOH statt K<sub>2</sub>CO<sub>3</sub> befüllt wird, über diese Frage kann endgültig nur in der Praxis entschieden werden, da die Qualität der Gase sowie deren Menge unbekannt sind.

Die Gase verlassen den Gasbehälter und gelangen in einen Kompressions-Anlage 41, in der ein Teil verflüssigt wird. Die übrigen, nicht verflüssigten Gasen werden durch die Gas-Kolonne ins Festgas geleitet. Die flüssigen, anfallenden Teile aus dem Abscheider 42 können entweder zur Gas-Kolonne geführt werden, oder werden ebenfalls in die Gas-Kolonne geleitet, um dort die Butylene auszuschleiden. Die Größe des Kompressors 41 kann noch nicht angegeben werden. Sie wird voraussichtlich 50 m<sup>3</sup>/h nicht überschreiten. Es muss bei 25 atm komprimiert werden.

# Vorkonzentration



# Hochkonzentration



Diese Zeichnung darf weder kopiert,  
noch dritten unbeteiligten Personen,  
insbesondere Konkurrenzfirmen  
mitgeteilt werden.  
§ 1, Absatz 3, Gesetz vom 19. Juni 1901 u. a.)

**LURGI**  
Gesellschaft für Wärmetechnik m. b. H.

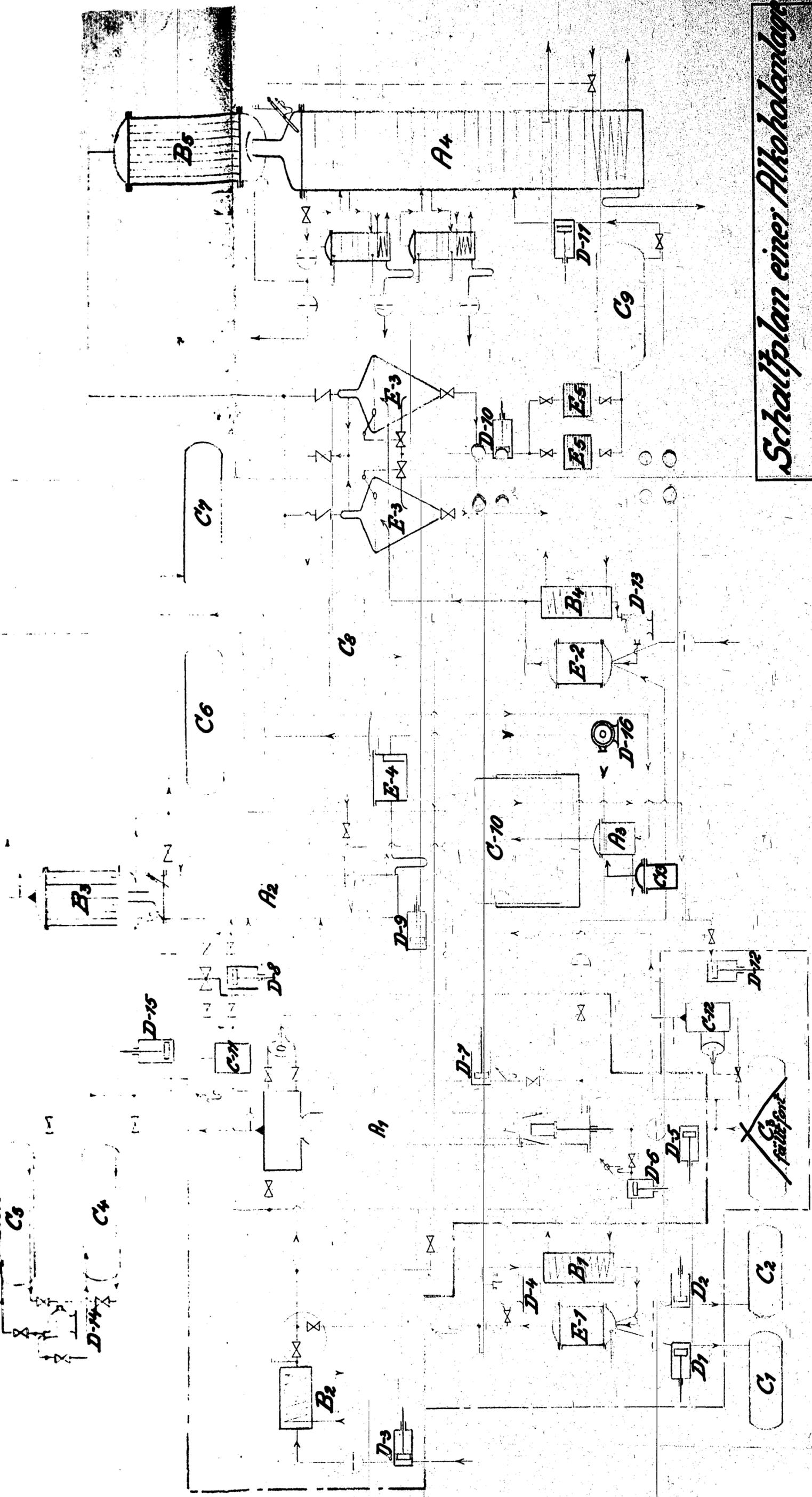
H. Dr. Fricke

<b>AS 1002</b>		<b>LURGI</b>	
Gesellschaft für Wärmetechnik m. b. H.		Frankfurt a. Main	
<b>AS 2702</b>		<b>AS 2702</b>	
Datum		Name	
10.7.38		G. L. L.	
Gepr.:		AS	
Gepr.:		Schema zur	
Gepr.:		Alkoholgewinnungsanlage	



# Schaltplan einer Alkoholanlage

Gez.: Z:	Dat.:	
Gepr.:	28.4.36	
Norm. gepr.:	Ersatz für Ersatz nach	
Maßst. 1:	Ersatz nach	

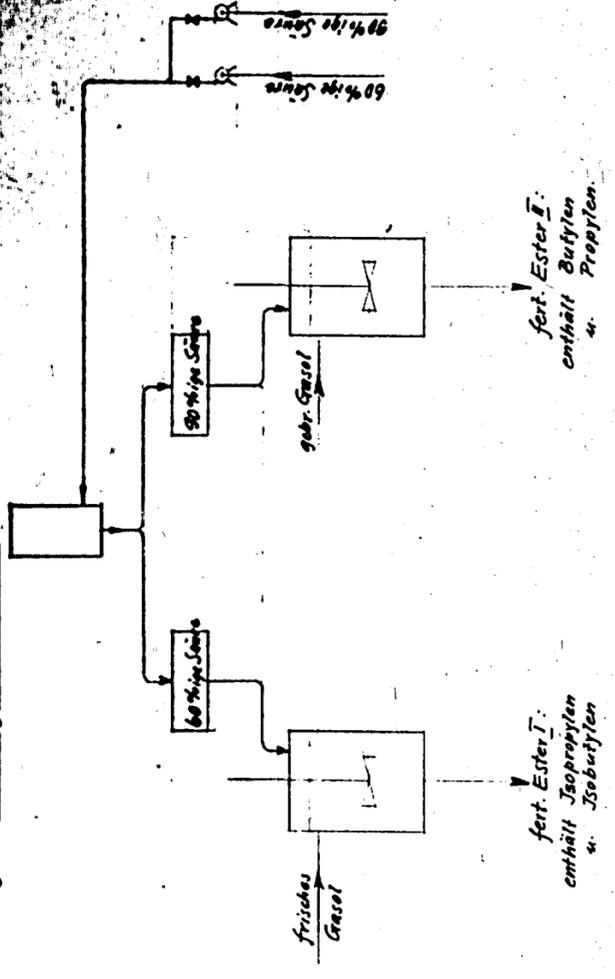


Antrag zum Schreiben vom 20.01.36  
 Das Urheberrecht an dieser Zeichnung (Arbeit Anlagen) steht uns zu. Außerdem darf die Zeichnung nur von der Firma, der wir sie ausgestellt haben und nur zu dem mit ihr verbundenen Zweck benutzt werden. Soweit ein Zweck nicht besonders vereinbart ist, besteht der Zweck der Überlassung der Zeichnung lediglich darin, den Empfänger der Zeichnung in Kenntnis zu setzen. Die Zeichnung ist von dem Empfänger zurückzugeben und muß so aufbewahrt werden, daß sie Unbefugten nicht zugänglich ist. Durch die Entgegennahme der Zeichnung erklärt sich der Empfänger mit diesen Bedingungen einverstanden.

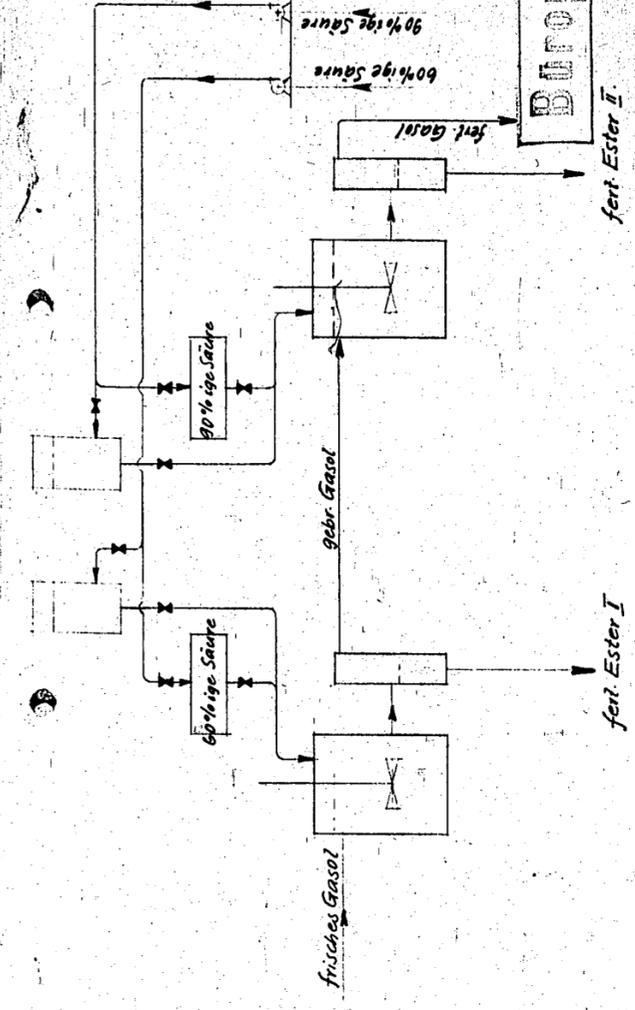
Punkt der Beschreibung  
 Temperatur - Meßstelle  
 Druck -  
 Mengen -

**Mit zwei Säure-Konzentrationen**

**a) chargenweise**

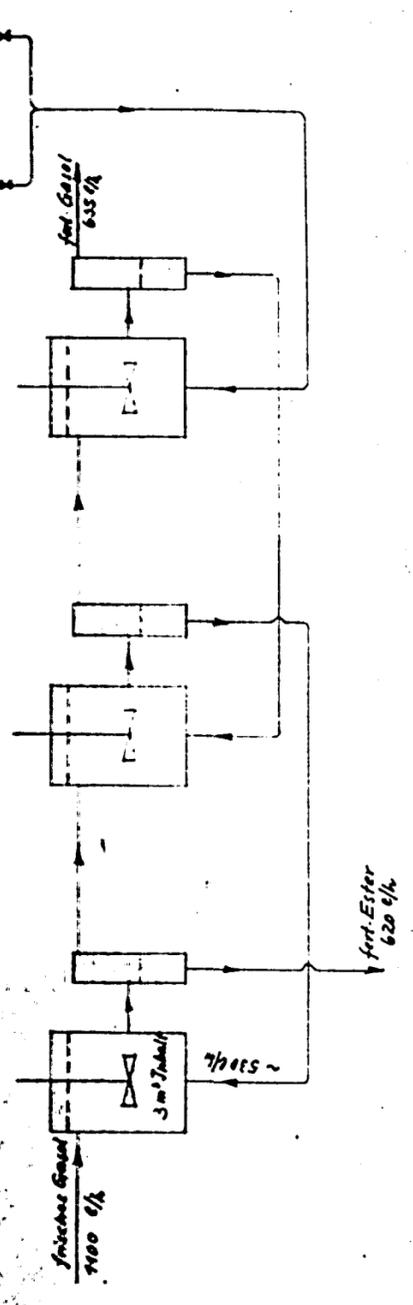


**b) kontinuierlich**

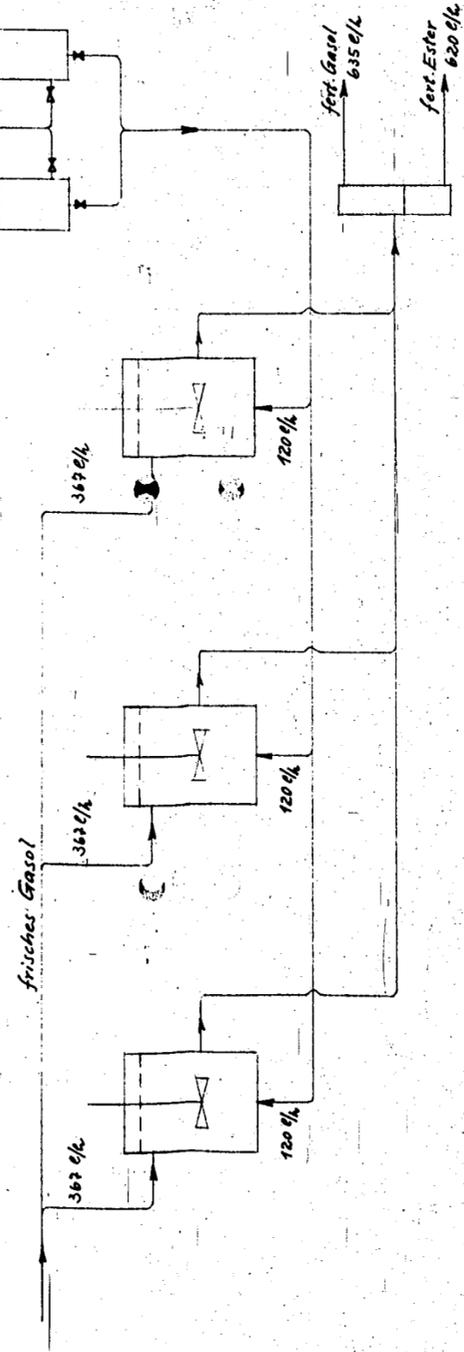


**Ein Säure-Konzentration**

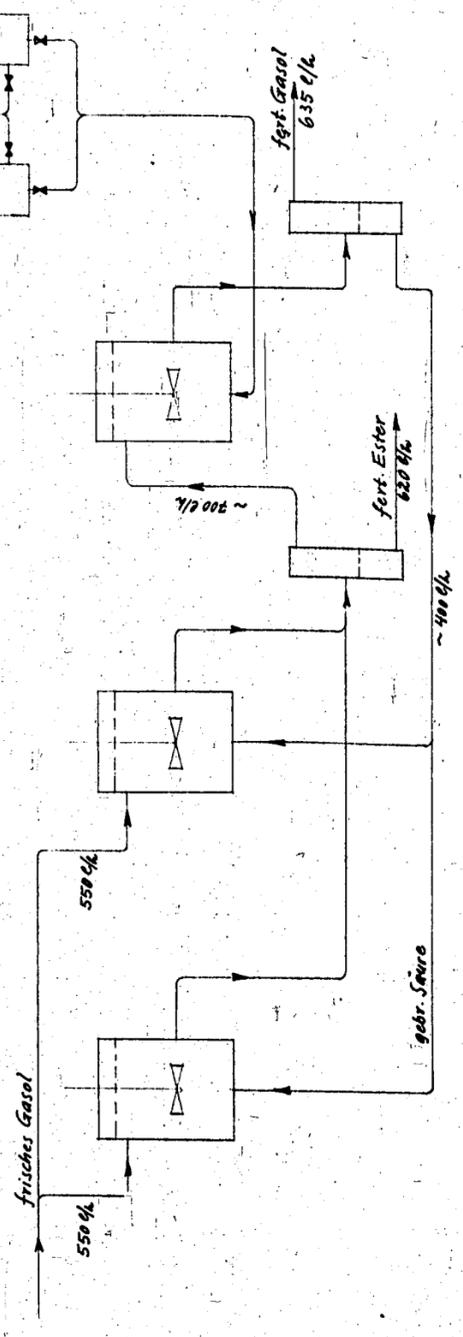
**1) kontinuierlich, Behälter hintereinander**



**2) kontinuierlich, Behälter parallel**



**3) kontinuierlich, 2 Behälter parallel, 1 nachgeschaltet**



**LURGI**  
Gesellschaft für Wärmetechnik m.b.H.  
Frankfurt a. Main

**AS 1**

**Arbeitsmöglichkeiten für die Veresterung**

Gezeichnet	Datum	Name
Marzinger	25. I. 39	Th

Meßstab: AS 7074

Erstellt von: Erstellt durch: