

000103

Lurgiwärme

Notiz des Herrn Dr. Eisenlohr
Bal.-vom 10.7.42
Blatt 1Betrifft: DS - Alkohole aus AK-Wasser Hoesch

L.W.

Eingang

Nr.

Exemplar für:

Anwesend:

3499 - 30/6.05 - 16

Kopien an: Dr.Hr. Dr.Kt. Dsch. Dr.E.

Im folgenden werden die bisherigen Untersuchungsergebnisse kurz zusammengefasst ohne eine weitere Auswertung, da hierzu noch einige Gehaltsbestimmungen abgewartet werden müssen. Die Aufarbeitung geschah nach dem folgenden Schema:

200 kg AK-Wasser (0,138 g $\text{CH}_3\text{COOH/l}$)

Vor-anreicherung durch Abtrieb von ca. 5 %

a) 10,4 g höhere Alkohole

10 kg Konzentrat 1.)

Fraktionierte Destillation.

- 70°

- 85°

- 97°

> 97°

e) 16,8 g

d) 173,7 g

g) 320,0

b) 26,2 g höh. Alkohole

449 g Konzentrat 2)

Fraktionierte Destillation

Eine Gasentwicklung trat bei der Herstellung des Konzentrates 1 nicht ein.

85-97°

f) 13,0 g

Erhalten wurden demnach:

Höhere Alkohole a + b	36,2 g
Alkohole - 70°	16,8 g
" 70-85°	173,7 g
" 85-97° e + f	330,0 g
	<u>556,7 g</u>

 $D_{15} = 0,849$

Nach ihrer Dichte besteht die Fraktion - 70° zu 85 Gew.% aus Methanol, die Fraktion 70-85° mit der Dichte $D_{15} = 0,851$ zu 80 Gew.% aus Äthanol und die Fraktion 85-97° mit der Dichte $D_{15} = 0,894$ zu 60 Gew.% aus Äthanol. Die höheren wasserunlöslichen Alkohole wurden als 100 %-ig

angenommen. Hiernach errechnet sich die Ausbeute an 100 %-igem Alkohol zu:

höh. Alkohole	36,2 g
Alkohole - 70°	14,3 g
" 70-85°	139,0 g
" 85-97°	198,0 g

000104

387,5 g/200 kg = 1,89 kg/m³.

=====

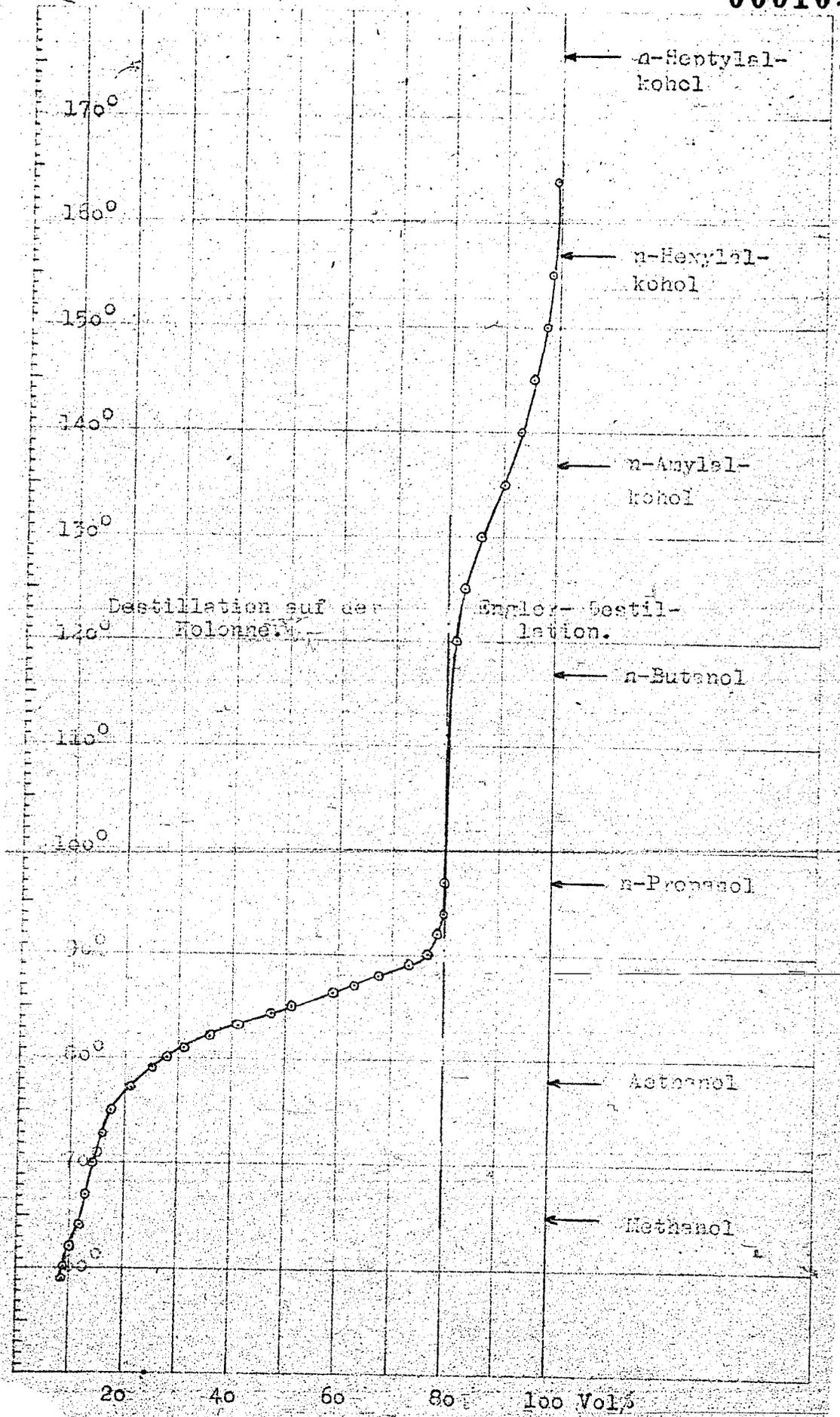
Hier fragt sich vor allem, ob man die Alkoholkonzentration nach der Dichte berechnen darf. Um Klarheit zu schaffen, werden von der einen oder anderen Fraktion Wasserbestimmungen mit Mg_2N_2 durchgeführt werden. Grössenordnungsmässig muss der Wert auf alle Fälle zwischen 2,78 kg/m³ (556,7 g/200 kg) und den errechneten 1,89 kg/cm³ liegen. Verglichen mit dem nach Labor-Bericht Nr. 229 ermittelten Wert von 5,05 kg/m³ Ausdampfwasser der Kreislaufanlage (errechnet aus den Dichten) ist der aus dem AK-Wasser der Grossanlage gewonnene Alkohol nur etwa der dritte Teil, nämlich 1,89 kg/m³ (ebenfalls errechnet aus den Dichten).

Die gewonnenen Alkohole vom Siedebereich -97° wurden sodann über gebranntem Kalk getrocknet. Eingesetzt wurden 520,5 g wässrige Alkohole mit einem Wassergehalt von 32,5 Gew.%, aus der Dichte errechnet, und 580 g gebrannter Kalk. Der Kalk wurde eine Stunde auf dem Wasserbad und Rückflusskühler erhitzt und die Alkohole durch Abdestillieren im Ölbad - 220° wiedergewonnen. Erhalten wurden nur noch 266,0 g Destillat mit der Dichte 0,840 = 74 Gew.% Äthanol. An Kalk gebunden waren 159,0 g Wasser. Hier zeigt sich schon die Unzulänglichkeit der Methode, die Alkoholkonzentration aus der Dichte zu errechnen. Der eingesetzte Alkohol bestand aus 169,0 g Wasser und 351,5 g Alkohol nach der Dichte. An Kalk gebunden wurden 159 g, d.h. die erhaltenen 266 g Alkohol enthalten 10 g Wasser, was eine Alkoholkonzentration von 96,3 % und nicht 84 % ergibt. Der Verlust an Alkohol nach dieser zweiten Rechnungsart betrug 27,1 Gew.%.

Unter der Annahme, dass der getrocknete Alkohol 96 % ist, wurde dieser mit den höheren Alkoholen gemischt und destilliert. Der Destillationsverlauf ist in der Anlage aufgezeichnet. Bei 97° musste unterbrochen werden, da der Raum der Destillierkolonne für die kleine Rückstandsmenge zu gross war. Der Rückstand über 97° wurde daher nach Engler destilliert. Wasserabscheidungen traten bei der Destillation nicht ein.

Der Siedeverlust betrug bei der Destillation 8,2 Vol. Während der Verlust sich bei der Trocknung gleichmässig über den ganzen Siedebereich verteilen wird, ist er hier wohl in der Hauptsache durch niedrig siedende Stoffe, z.B. Aldehyde, bedingt, die ähnlich der Ketongewinnung gefasst werden müssten.

(gez.) Eisenlohr



Boiler

L U R G I

Gesellschaft für Wärmetechnik
m.b.H.

Laboratorium Mousonstrasse.

Bericht Nr. 229

K.Z.: A 4

Gewinnung von Alkoholen aus
dem Ausdampfwasser der Versuchsanlage Hoesch.1.) Ofenzustand zur Zeit der Probenahme.

Der Ofen 10 B war am 18.8.1941 mit normalem Co-Kontakt bei 195° mit Kreislauf 1:2,4 angefahren worden. Die Gaszusammensetzung war 1 CO : 1,58 H₂. Am Tag der Probenahme, 23.8.1941, war der Ofen 133 Stunden im Betrieb. Die Ofentemperatur betrug 202°, die Gaszusammensetzung war 1:1,55, der CO-Umsatz 67,8 und der CO + H₂-Umsatz 76,6 bei 1133 Nm³/h und einem Kreislauf von 1:2,2. Es wurden produziert 2838 kg Paraffin, Öl und Benzin/ 23720 m³ J-Gas = 119,5 g/m³ J-Gas. Ausgedämpft wurde 6 mal-täglich.

Die Entnahme der Proben erfolgte hinter dem Benzinabscheider. Es wurde das ablaufende Wasser der ersten 12 Minuten, von der 12.-16. Minute, von der 16.-20. Minute und von der 20.-32. Minute in Fässern getrennt gesammelt und hiervon je eine 5 Liter-Probe genommen. Es fielen hierbei folgende Wassermengen an:

Versuchszeit:	Ausdampfwasser:	Probe:
0 - 12. Minute	72 Ltr.	1.
12.- 16. Minute	185 "	2.
16.- 20. Minute	295 "	3.-
20.- 32. Minute	485 "	4.

1037 Ltr. Ausdampfwasser.

2.) Aufarbeitung der Wasserproben.

Von den 5 Ltr.-Proben wurde bei Hoesch etwa 1 Ltr. abdestilliert, der zur weiteren Untersuchung nach Frankfurt gesandt wurde. Aus diesem Vorkonzentrat wurden zunächst die bis 95° siedenden Anteile abdestilliert und getrennt aufgehoben. Die über 95° siedenden Stoffe wurden mit etwa 10%

des eingesetzten Wassers überdestilliert und nochmals angereichert. Dieses Destillat wurde erneut rektifiziert.

Bei den Proben 1. - 3. trat bei der Destillation keine Schichtenbildung ein. Das Destillat enthielt also in der Hauptsache niedere Alkohole $C_1 - C_4$. Bei der 4. Probe trat beim Destillat über 95° eine Schichtentrennung ein. Der abgeschiedene Alkohol wurde abgetrennt ^{u.} gewogen, Probe 4a. Die wässrige Schicht wurde nochmals rektifiziert.

Von den alkoholischen Destillaten wurde im Pyknometer die Dichte bestimmt und daraus der Alkoholgehalt (Gehalt an Äthylalkohol) bestimmt (s. nachstehende Tabelle):

Probe	Dichte bei 15°	Gew.-% Äthanol	g 100%-iger Alkohol/l Ausdämpfwasser
1.	0,899	57 %	8,0 g/l
2.	0,882	64 %	11,4 g/l
3.	0,896	60 %	5,2 g/l
4.	a) höhere Alkohole	100 %	
	b) 0,927	45 %	2,1 g/l

Die höheren Alkohole bei Probe 4 sind 70 Gew.-% der errechneten Alkoholmenge, also 1,4 g/l Ausdämpfwasser. Die Probe 4 b) ist der untere 95° siedende Anteil.

Im gesamten Ausdämpfwasser ist also folgende Menge enthalten :

Probe:	g 100%iger Alkohol/l	Wassermenge:	Alkoholmenge:
1.	8,0 g/l	72 Ltr.	576 g
2.	11,4 g/l	185 Ltr.	2110 g
3.	5,2 g/l	295 Ltr.	1535 g
4.	2,1 g/l	485 Ltr.	1020 g
		<u>1037 Ltr.</u>	<u>5241 g</u>

Hieraus errechnet sich die mittlere Alkoholkonzentration zu $5,05 \text{ kg/m}^3$ Ausdämpfwasser. Bei 6-maliger Ausdampfung entstehen pro Tag 31,4 kg oder 1,11 % der Ausbeute.

Die erhaltenen Alkohole wurden zusammen über Na_2SO_4 und über gebranntes Kalk getrocknet. Die Dichte nach dem

000109

- 3 -

Trocknen betrug 0,861. Die Alkohole hatten folgende Siede-
analyse:

- 80°	5,6	Vol.-%
- 85°	57,0	"
- 90°	79,8	"
- 95°	93,8	"
- 97°	98,0	"

Nach der Benzol-Aylol-Methode enthält das Gemisch noch
33 Vol.-% Wasser.

Frankfurt am Main, den 9. Dezember 1941
Dr. E/Bal.-

(gez.) Eisenlohr