

2744 - 30/5.05 - 1

Bilanzversuch an der Avenariusanlage
vom 19.5.41, 9⁰⁰ bis 21.5.41, 4³⁰Uhr.

Schon am 28.4.41 wurde an der Anlage eine dreitägige Bilanz durchgeführt, bei der ein Verlust von rund 2 to Reinalkohol festgestellt wurde. Der Verlust wurde damals auf Undichtigkeiten an der C-Kolonne zurückgeführt. Nachdem diese Undichtigkeiten behoben worden sind und gleichzeitig einige andere kleine Fehlermöglichkeiten ausgeschlossen wurden, wurde der Versuch noch einmal wiederholt.

Der Lagertank 1 für wässrigen Rohalkohol wurde völlig gefüllt. Durch Standmessungen und Proben wurde der genaue Inhalt festgelegt.

47,7 m³ = 44,3 to wässriger Rohalkohol mit 41,4% Reinalkohol
= 18,35 to "

Die Analyse durch Destillation im Laboratorium ergab:

66,7% Butanol + Fuselöl = 12,25 to

33,3% Propanol + Aether = 6,10 to.

Diese Alkoholmengen gingen zur Anlage. In der Anlage selbst wurden alle Zwischenbehälter genauestens gemessen, um alle Zwischen- und Nebenprodukte zu erfassen.

I. Eingänge:

Butanol + Fuselöl 12,25 to

Propanol + Aether 6,10 to

Gesamt: 18,35 to

II. Erzeugung:

Butanol + Fuselöl 11,62 to

Propanol + Aether 4,81 to

Gesamterzeugung: 16,43 to

III. Verluste:

Butanol + Fuselöl 0,63 to

Propanol + Aether 1,29 to

Gesamtverluste: 1,92 to


oder 10,45% des Gesamteinsatzes.

1,92 to Verlust in 67,5 Std. oder 28,5 kg/h.

MR
Im folgenden
2/4 Stunden Rückfl.
3/10/41

Die Verluste sind auf der Propylseite, d.h. bei dem leichter flüchtigen Alkohol, höher. Wahrscheinlich sind sie an den Entlüftungsstellen der Kondensatoren zu suchen und zwar sowohl bei der Vorreinigung, wie bei der Entwässerung selbst. Eine Untersuchung des Lutterwassers zeigte, dass hier keine Verluste auftreten können.

Der Dampfverbrauch betrug während der Bilanzzeit 118,2 to. Das sind 7,2 to für die to tatsächlich erzeugten Alkohol.

31.15. 41. Lampen 

Bilanz an der Avenariusanlage. 1. V.

Zur Kontrolle der Entwässerungsanlage wurde folgender Bilanzversuch durchgeführt. Der Vorratsbehälter für Rohalkohol (Tank I) wurde gefüllt. Durch Ausmessen der beiden Schichten und Analyse wurde der Gesamtalkoholgehalt bestimmt. Diese Alkoholmengen gelangten während der Bilanzzeit in die Anlage. Die Anlage selbst wurde mit dem höchstmöglichen Durchsatz belastet. Die anfallenden Mengen an Reinalkohol wurden durch die Uhren und durch Standmessungen an den Behältern gemessen. Gleichzeitig wurden alle anfallenden Nebenprodukte Äther, Fuselöl, obere Schicht von Abscheider I und Restverdampferinhalt genauestens erfasst.

Bilanz auf 99,4 t. = 500 kg Dampf je Stunde (inkl. 300 kg)

Eingang:

Reinalkohol im Rohalkohol		17,410 t
Aus Zwischenbehälter B- Reinalkohol		0,193 t
		<u>17,603 t</u>
Gesamtdurchsatz:		<u>17,603 t</u>
Propylalkohol	19,2% =	3,380 t
Butylalkohol u. Nebenprodukte	80,80% =	14,223 t
		<u>17,603 t</u>

Erzeugung.

1. Butylalkohol	11,580 t
2. Propylalkohol	2,990 t
3. Äther	0,516 t
4. Fuselöl	0,181 t
5. Obere Schicht von Abscheider I	0,043 t
6. Restverdampfer	0,362 t
	<u>15,672 t</u>
Gesamterzeugung:	<u>15,672 t</u>

Verlust: 1,931 t.

Erzeugung in Prozent.

Butylalkohol Pos. 1 bis Pos. 6.	67,9 %
Propylalkohol " 2 " " 5.	17,2 %
Äther	2,9 %
Fuselöl	1,0 %
Verlust	11,0 %

Der Gesamtverlust von 1,931 t bei 62 Std. Betriebszeit

setzt sich wie folgt zusammen:

1. Verlust an Propylalkohol	0,380 t = 20,2%
2. " " Butylalkohol u. Nebenprod.	1,541 t = 79,8%

Aus dieser letzten Rechnung ersieht man, dass der Verlust nicht etwa völlig auf der Propylseite liegt, sondern genau anteilmässig auf beide Alkohole verteilt ist. Dieses könnte darauf hindeuten, dass schon vor Eintritt in die Vorreinigung ein Alkoholverlust stattfindet.

W. Rump

Übersicht über die Nebenerzeugnisse

	Obere Schicht des verdünnten Esters	Kopfprodukt vom VK 1	Luftkühler vom VK 1	Kopfprodukt (untere)
Hinweis auf Laborjournal	Alk 5,31,41,42	Alk 46 ff.	Alk 19	Alk
Dichte bei 15°	0,770-0,775	0,76 - 0,78	ca. 0,770	0
OH-Zahl	ca. 200	ca. 300=ca. 35% Alkohol		
J-Zahl	160 - 180	35 = ca. 13% Polybi		
Gew. % von Isopropyl- + Butyl-alkohol	S=2,0,25 % H ₂ SO ₄	Methyl-Äthylketon ca. 7 %		
		ca. 2 %		1
	Wasserdampfdest.	Wasserdampfdestillation obere Schichten		Dest
	Ges. Dest. Rückstand obere Schicht	1) bis 60° = ca. 2 % d. Rohprod.		1) Vorläg. ca. 2-3% Aldehyd Aceton.
	d ₁₅ 0,760 d 0,814 teilw. fest	d = 0,636 OH-Zahl 82 = ca. 9% Propanol ca. 7 % Aceton		
	1) Dest. bis 90°, obere Schicht Gemisch aus Butanol, Äthern und Polymerbenzin	2) 60-70° = ca. 5-12% d. Rohprod. d = 0,736 OH-Zahl = 150 = ca. 17% Propanol J-Zahl = 145 = ca. 50% Polybi ca. 9 % Methyläthylketon Rest = Isopropyläther		2) 80-85 des B wasser pylol
	2) Dest. über 90°, Gemisch aus Butanol + höheren Alkoholen (OH-Zahl 280-300) u. Äther + Polybi (J-Zahl ca. 80)	3) 70-80° = ca. 20% d. Rohprod. d = 0,753 OH-Zahl = 220 = ca. 22% Propanol J-Zahl = 125 = ca. 45% Polybi ca. 5 % Ketone Rest = Gemischter Äther		Vor Vorlauf weicher in der Mischung werden!
		4) 80-90° = ca. 30 % d. Rohprod. d = 0,761 OH-Zahl = 56 = ca. 7% Butanol J-Zahl = 135 = ca. 50% Polybi ca. 1 % Ketone Rest = Di-Butyläther		
		5) 90-100° = ca. 2 % d. Rohprod. d = 0,765 OH-Zahl = 34 = ca. 4,5% Butanol J-Zahl = 63 = ca. 23% Polybi Rest = Di-Butyläther		
		<p align="center">Gesamt-Kohlenbildung = ca. 0,3 Gew. % des ges. Roh-Äthyls.</p>		

RECHNERGANG DER ALKOHOLANALYSE

Kopfprodukt von C (untere Schicht v.J.)	Fasolöl	Rückstand aus Restverdampfer	Lutterwasser Obere Schicht
Alk 40,59 0,984	Alk 21,35,37 ff. Daten durch wechselnden Gehalt an Butanol schwankend	Alk 20 Daten durch wechselnden Gehalt an Butanol schwankend	Alk 51 0,818
1,5 %	0,6 % (Butanol frei)		ca. 200 Mol-Gew. 212 S-Gehalt 0,05 %
Destillation	Wasserdampfdestillation		
1) Vorlauf bis 80° = ca. 2-3% d. Rohprod. Aldehyd(-ammoniak) <u>Aceton, Benzol, Iso- panol</u>	1) bis 87,5° geht als homogenes Dest. wässriger Butylalkohol über = Butanol 40-60 % d. Rohprodukts. <i>Das Produkt enthält ca. 5-10% ... die bei Verdünnen abzuscheiden.</i>		
2) 80-85° = ca. 7-10% des Rohprodukts wässriger Isopropyl- alkohol	2) 80-100° 2 Schichten, davon obere Schicht: OR-Zahl = 450-600 J-Zahl = 20-60 d = 0,82-83		
Vor Vorlauf bis 80° darf wegen der Ge- fahr der Acetonan- reicherung nicht in den Rohalkohol zurückgeführt werden!	Pentanol, Iso-Heptanol, Iso-Oktaol wenig Benzol (ca. 3 %) Erst das letzte Destillat bei ca. 100° zeigt gelbe Farbe und höhere Jodzahl (Hohes Polymerisat wie bei Lutterwasser)		