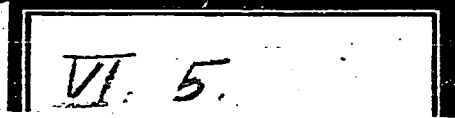


Frankfurt/M., den 8.6.1943.
OLA 656

Verteilung:
Prof. Dr. Fuchs
Ing. Bras
Dr. Brendlein
Reserve.



Betrifft: Betriebsbeschreibung zur Herstellung von 28 Moto Methylformiat entsprechend 15 Moto Methanol.

Zusammen mit dem beigefügten Schema und der "Zusammenstellung der wichtigsten Apparate für die Stufe I" soll an Hand der folgenden Betriebsbeschreibung ein Überblick über die Herstellung von 28 Moto Methylformiat gegeben werden.

In dem mit Raschigringen gefüllten Reaktionsturm (1) wird bei 30 Atm. aus Methanol und Kohlenoxyd in Gegenwart von Natriummethylat kontinuierlich Methylformiat hergestellt. Dabei wird sowohl das Kohlenoxyd als auch die Flüssigkeit, bestehend aus Methanol, Natriummethylat und ca. 12 - 15 % Methylformiat, im Kreislauf geführt.

Das Methanol gelangt aus einem Methanol-Vorratslager (M) über die Kreiselpumpe (6) den Hochbehälter (7), 2 Meßgefäße (8) zur Methanoldruckpumpe (3), die über den Vorwärmer (9) das auf ca. 85°C erwärmte Methanol in den Flüssigkeitskreislauf fördert.

Das Kohlenoxyd tritt von der Gasumlaufpumpe (5) kommend über den Gasvorwärmer (14) am unteren Teil des Reaktionsturmes (1) ein, setzt sich bei seinem Weg durch den Reaktionsturm, dessen Temperatur durch geeignete Gasvorwärmung auf 82 bis 87°C gehalten wird, mit Methanol zu Methylformiat um. Am Kopfe des Reaktionsturmes (1) tritt das nicht umgesetzte Kohlenoxyd zusammen mit dampfförmigem Methylformiat und Methanol mit einer Temperatur von ca. 85°C aus, wird in einem Kühler (15) auf ca. 25°C gekühlt und gelangt durch eine Tiefkühlung (16), wobei auf mindestens 5°C abgekühlt werden soll, in den Druckabscheider (17). Hier scheidet sich das nicht umgesetzte Kohlenoxydgas von der Flüssigkeit, die aus ca. 50 % Methylformiat und 50 % Methanol besteht und in einer stündlichen Menge von 84 kg anfällt.

Das Umlaufkohlenoxydgas wird mit komprimiertem trockenem Gas ergänzt und beginnt über die Gasumlaufpumpe (5) seinen Kreislauf von neuem. Da die Versuche auch mit Gasgemischen, bestehend aus Kohlenoxyd und Wasserstoff ausgeführt werden sollen, ist zweckmäßigerweise am Druckabscheider (17) ein Anschlußstutzen vorzusehen, der es ermöglicht, mit Flaschen-Wasserstoff Gasgemische

herzustellen und zwar in beliebiger Zusammensetzung.
Das in (17) abgeschiedene Flüssigkeitsgemisch, bestehend aus Methylformiat und Methanol, wird nach dem Entspannungsgefäß (15) entspannt und gelangt von hier in den Lagerbehälter (19).
Das als Katalysator dienende Natriummethylat wird in dem mit einer Kühlschlange versehenen Rührwerksbehälter (13) aus metallischem Natrium und Methanol hergestellt und gelangt über ein Puffergefäß (13a), 2 auf dem Schema nicht besonders eingezeichnete Meßbehälter (12) zur Katalysatorförderpumpe (4) und wird von hier aus in den unteren Teil des Reaktionsturmes (1) eingeführt.

Bei allen Vorgängen ist sorgfältigst darauf zu achten, dass keine Feuchtigkeit in die Apparatur eindringen kann. Wasser bedeutet sowohl einen Verbrauch an Natriummethylat als auch Entstehung von Natriumformiat, welches die Ursache von unliebsamen Verstopfungen des Reaktionsturmes werden kann. Dagegen auch bei sorgfältigster Gastrocknung nicht zu vermeiden ist, dass kleinste Spuren Wasser eingeführt werden, ist durch den Katalysatorkühler (10) und Abscheider (11) die Möglichkeit gegeben, dauernd kleine Mengen der umlaufenden Flüssigkeit mit evtl. gebildetem Natriumformiat herauszunehmen und diese gesondert anzuarbeiten.

Für den geplanten Versuchsbetrieb ist weiterhin die Abscheidung von festem Natriumformiat vorgesehen.

Mittels der Kreiselpumpe (20) wird das Methylformiat-Methanol-Gemisch in dem Überlaufhochbehälter (20a) auf konstanter Höhe gehalten und fließt demnach mit konstantem Druck in die Mitte einer kontinuierlich arbeitenden Bödenkolonne (21) ein. Hierbei wird das Methylformiat vom Methanol abgetrennt und gelangt über den Dephlegmator (25), den Kühler (26) zu den Lagerbehältern (27), von wo es in Fesselwagen verschickt werden soll. Das Methanol verläßt die Blase (22) über den Kühler (23), die Ablaufvorlage (24) und gelangt mittels der Methanolförderpumpe (6) in den Kreislauf zurück.

An den mit Rotstift bezeichneten Stellen sind Entlüftungsleitungen anzubringen, die zusammengefasst zu einem Rieselturm zu führen sind, wo das entweichende Methylformiat teils als solches, teils bereits verseift, mengenmässig bestimmt werden kann.

Grundlinien

Verteilung: Prof. Dr. Fuchs
H. Bras
Dr. Brendlein
Reserve.

Frankfurt/M., den 8.6.1943.
OLA 656.

Betrifft: Methanol-Versuchsbetrieb für 15 Moto.

Zusammenstellung der wichtigsten Apparate für die Stufe I:
Herstellung von Methylformiat.

<u>Position</u>	<u>Bezeichnung, Größe bzw. Leistung.</u>
1	Reaktionsturm für 30 ATM. Betriebsdruck Länge 8,50 m. Durchmess. innen: 204 mm Wandstärke: 6 mm " " " " aussen: 216 mm
2	Katalysator- Umlaufpumpe für 500 l/h (muss für W in der Werk- statt hergestellt werden) Ausmaße etwa bei: 80 U/Min. Hub 50 mm Kolbendurchmesser 52 mm Hub 80 mm " " " " 41 mm
3	Methanolfumpe, Leistung 62 kg/h entsprechend etwa 80 Liter/h, vorgesehen dafür sind 4 Stück Bosch-Einspritzpumpen mit einer Stundenleistung von je 20 l.
4	Katalysatorpumpe für etwa 9 l/h <u>vorhanden</u> (jetzige Methanolfumpe)
5	Gasumlaufpumpe für W mit 600 nm ³ /h vorgesehen, wird in der Werkstatt in Kombination mit der Wasserstoffumlauf- pumpe für Stufe II hergestellt.
6	Methanolförderpumpe (Kreiselpumpe), Leistung 2 m ³ /h, Förderhöhe 25 m.
7	Hochbehälter. Inhalt 700 l.
8	2 Meßbehälter von je 230 bis 250 l Inhalt.
9	Methanol-Vorwärmer 80 l/h auf 100 ⁸⁵⁻⁹⁰ C, Heizfläche ca. 0,2 m ²
10	Katalysator-Kühler für ca. 10 l/h <u>vorhanden.</u>
11	Abscheider für Katalysator <u>vorhanden.</u>
12	2 Meßbehälter für Katalysatoreinlauf <u>vorhanden.</u>

<u>Position</u>	<u>Bezeichnung, Größe bzw. Leistung</u>
13	Rührwerk für Katalysator-Herstellung, Inhalt 40 l, <u>vorhanden</u> .
13a	Puffergefäß für Katalysator, Inhalt 40 l <u>vorhanden</u> .
14	Gasvorwärmer für $600 \text{ nm}^3/\text{h}$ CO-H_2 -Gemisch auf 100°C , Heizfläche ca. $0,6 \text{ m}^2$.
15	Druckkühler für Methylformiat-Methanol-Gemisch und Umlaufgas. Ca. 10 qm Kühlfläche; es ist von 85°C auf 25°C zu kühlen.
16	Tiefkühlung.
17	Druckabscheider für Methylformiat-Methanol-Gemisch. Inhalt ca. 100 l.
18	Entspannungsgefäß, Inhalt 300 l.
19.	Lagerbehälter für Methylformiat-Methanol-Gemisch, Inhalt 5 cbm.
20	Kreiselpumpe, Leistung 150 l/h.
20a	Hochbehälter, Inhalt 700 l.
21	Kolonne für kontinuierliche Destillation. 30 Böden, Durchmesser 300 - 500 mm, Rücklaufverhältnis 1:4.
22	Blase, Inhalt 200 - 300 l; Heizfläche 1 m^2 bei Dampf von 3 atü.
23	Methanol-Ablaufkühler, ca. $1,5 \text{ m}^2$ Kühlfläche.
24	Ablauf-Vorlage, Inhalt 200 l .
25	Dephlegmator, ca 2 m^2 Kühlfläche.
26	Methylformiat-Kühler, ca 5 m^2 Kühlfläche.
27	Methylformiat-Lager, ca 10 m^3 Inhalt.

Brennlein