

Lennswerke, den 30. Nov. 1943

Besprechung über ein Verfahren zur Herstellung von Isobutanol
aus K - Fraktion am 1.11.1943

Anwesend: Herr Dr. Sackmann Herr Dr. Hanisch
 * Dr. Wirth * Dr. Fischer
 * D.I. Rottner * Dr. Laves
 * Dr. v. Heimbach
 * Dr. Wiedemann
 * Dr. Kahr

Die Besprechung hatte den Zweck, im größeren Kreise festzulegen, wie man eine zusätzliche Gewinnung von Isobutanol aus Isobutyron apparativ gestalten müste.

In 4 Werken der I.G. werden zusammen 128 000 mto Isobutylöl hergestellt, davon beträgt der Anteil an:

K-Fraktion 0,85% = 1060 mto mit 50-60% Isobutyron-Gehalt
und Dioprol 0,14% = 180 mto
 insgesamt = 1240 mto

Davon sind bereits vergeben:

120 mto K-Fraktion in Me
20 mto Dioprol in Me
115 mto Dioprol für Gl-Benzin (in HS-Fraktion enthalten)
45 mto Dioprol für Lösungsmittel O mit ca. 50 t K-Fraktion.
insgesamt 300 mto.

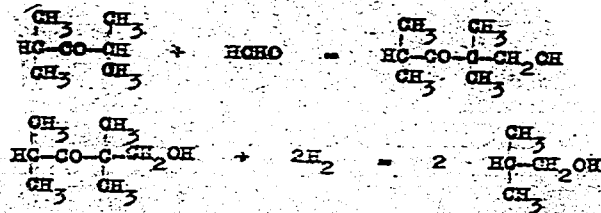
Im Folgenden wird das Dioprol nicht mehr erwähnt, weil nach Angabe von Herrn Dr. Hanisch dieses Produkt bereits vergeben ist.

Es verbleiben somit für die Herstellung von Isobutanol monatlich ca. 900 t K-Fraktion mit einem Gehalt von 50 - 60 % Isobutyron.

Diese Menge liegt zunächst bei der Roh-Isobutylöl-Destillation nicht als solche, sondern noch weiter verdünnt vor. Es handelt sich um 1800 mto, die mit einem ca. 25 - 30 % Isobutyron-Gehalt anfallen und erst zur eigentlichen K-Fraktion mit 50 - 60 % Isobutyron aufkonzentriert werden müssen. Diese Aufarbeitung müste in Me vorgenommen werden.

Im Folgenden ist das Verfahren abgestellt auf die Verarbeitung von Rein-Isobut, das erst aus der K-Fraktion hergestellt werden muß. Bilden tut sich der Isobutylalkohol aus Isobutyron mit Formaldehyd und Wasserstoff nach folgenden Gleichungen:

V. 6.



Im Nachstehenden wird zuerst die Gewinnung des Rein-Isobutyrons beschrieben, danach die Kondensation mit Formaldehyd und die Hydrierung.

I. Gewinnung des Rein-Isobutyrons.

Hierfür sind 4 Arbeitsgänge notwendig: Waschung, 1. Destillation, Vorhydrierung, 2. Destillation.

a.) Waschung:

Sie geschieht durch Waschen der verdünnten, rohen K-Fraktion mit 10%iger Natronlauge und mit Wasser zur Entfernung der sauren Bestandteile. Die Waschung der 1800 moto Rohprodukt würde in 2 Rieseltürmen von je 10 m Höhe und 1000 mm Ø erfolgen. Die Produkt-Einspritzung würde ca. 2,5 stuto betragen.

b.) 1. Destillation:

Die Destillation des gewaschenen Rohproduktes geschieht in einer Glockenbodenkolonne von 1200 mm Ø und 50 Böden. Es werden dabei 4 Fraktionen abgenommen:

1. Vorlauf = Wasser (Menge gering)
2. Fraktion 95-110° = 20 - 30% = K-Fraktion-Vorlauf
3. Fraktion 110-130° = 50% = K-Fraktion
4. Rückstand = 20% = Olefine, können an die Hydrierung abgegeben oder der Oxo-Reaktion zugeführt werden.

Der K-Fraktion-Anteil beträgt demnach 900 moto.

c.) Vorhydrierung:

Sie hat den Zweck, die Aldehyde (im wesentlichen C₆ + C₇) und niedrige Ketone der K-Fraktion zu den entsprechenden höher siedenden Alkoholen umzuwandeln ohne das Isobutyron dabei anzugreifen. Man erreicht hierdurch eine bessere Trennung des Isobutyrons von den übrigen Ketonen bei der anschließenden Destillation und eine Formalin-Ersparnis bei der späteren Kondensation.

Die Vorhydrierung verläuft bei 200 atü und 100°. Die Kontaktfrage ist noch nicht restlos geklärt, weil bisher nur ein gebrauchter Kontakt gute Ergebnisse gezeigt hat. Erforderlich wären nach dem in Mo 13 durchgeführten Versuch bei 0,2 facher Kontaktbelastung und bei einer Einspritzung von 1-1,5 stuto 2 Socex Öfen mit je 3 m³ Kontakt. Nach Klein-Versuchen von Herrn Dr. Wiedemann soll es möglich sein, bei 0,4 facher Kontaktbelastung und 10 atü auszukommen.

Dann wäre nur 1 Ofen mit 3 m³ Kontakt erforderlich.

Etwa 12-17% Aldehyde und niedrigen Ketone werden durch die Vorhydrierung in Alkohole umgewandelt.

d.) 2. Destillation:

Die anschließende Destillation trennt das Isobutyron von den übrigen Ketonen und den gebildeten Alkoholen.

Für 900 moto vorhydrierte K-Fraktion ist bei einer Einspritzung von 1-1,5 statt eine Kolonne von ca. 1000 mm Ø erforderlich. Folgende Fraktionen werden bei der Destillation abgenommen:

1. Vorlauf bis 108° = 16% = vorwiegend Isobutanol und Kohlenwasserstoffe
2. Fraktion 108-118° = 12% = niedrige Alkohole und Ketone
3. Fraktion 118-133° = 55% = Isobutyron-Fraktion
4. Rückstand = HS-Alkohole

Als Hauptfraktion werden demnach ca. 500 moto einer Isobutyron-Fraktion erhalten die ca. 9% Isobutyron enthält.

Eventuell würde man das gewaschene Rohprodukt der K-Fraktion direkt der Vorhydrierung zuführen und hätte dann nur eine einzige Destillation auszuführen.

Diese Destillation würde aber entsprechend größere Ausmaße haben. Diese Arbeitsweise wäre vorteilhaft, ist aber noch nicht erprobt.

II. Kondensation mit Formaldehyd.

Hierfür sind 4 Arbeitsgänge notwendig: Kondensation + Toppen, Methanol-Destillation, Waschung, Destillation des Methylol-Isobutyrons.

a.) Kondensation und Toppen:

Die Kondensation geschieht in Rührwerken mit Formalin und Natronlauge in Gegenwart von Methanol. Für 500 moto 90%ige Isobutyron-Fraktion werden 600 moto Formalin (30%ig), 130 moto 20%ige Natronlauge und 500 moto Methanol benötigt. Dafür werden 3 Vorratsbehälter und 2 Mischbehälter zu je 60 m³ und 1 Maßgefäß zu 12 m³ und 4 Maßgefäße für Natronlauge zu je 2 m³ gebraucht. Die Kondensation wird chargenweise in 4 Rührwerken von je 16 m³ Inhalt in der Weise ausgeführt, daß die Natronlauge in ca. 9 Stunden bei 50° unter Rühren eingespritzt wird. Anschließend wird das Methanol abgetoppt. Danach hinterbleiben 2 Schichten, eine untere wässrige und eine obere ölige, die das Methylol-Isobutyron enthält.

b.) Methanol-Destillation:

Das abgetoppte Methanol, das zu 58% aus Methanol, zu 9% Isobutyron und zu 45% aus Wasser besteht, wird in einer Glockenboden-Kolonne destilliert, wobei das Methanol als Kopfprodukt und das nicht umgesetzte Isobutyron + Wasser an einem Boden abgenommen werden. Der Sumpf enthält reines Wasser. Die Destillation geschieht in einer Glockenbodenkolonne von 1000 mm Ø und 30 Böden bei einer

Einspritzung von 1,5-2 stute. Das zurückgewonnene Methanol und Isobutyron werden der Kondensation wieder zugeführt.

c.) Waschung:

Die nach dem Zappen des Kondensationsproduktes verbleibende Oberschicht von ca. 550 molo Methylol-Isobutyron wird zur Befreiung von Salzen und Formaldehyd mit Wasser (evtl. mit neutralem Natriumsulfit) gewaschen. Die Waschung erfolgt kopfunterwärts in einem Turm. Das Waschwasser wird im Abstrichkühler gesammelt und die abgeschiedene Oberschicht in die Waschung zurückgeführt. E. d. l. kann das Waschwasser mit der Isobutyron-Fraktion die für die Kondensation benutzte wird in einem besonderen Turm extrahiert werden.

d.) Destillation des Methylol-Isobutyrons:

Sie wird im Vakuum ausgeführt und geschieht in einer Kolonne mit Zwischenböden von 800 ϕ und 15 m Höhe. Die Einspritzung würde ca. 0,75 stute betragen. Da das Methylol-Isobutyron ca. 10% Wasser enthält wird dieses am Kopf der Kolonne abgetrennt, während das Methylol-Isobutyron an einem Boden abgenommen wird. Im Sumpf sammeln sich mit der Zeit hochsiedende Glykole an. Es werden ca. 500 molo destilliertes Methylol-Isobutyron erhalten.

VII. Umsetzung zu Isobutanol:

Hierfür sind 2 Arbeitsgänge notwendig: Hydrierung und Destillation.

a.) Hydrierung:

Sie wird bei 200 atü und 180-200° bei einer Einspritzung von ca. 0,7 stute in einem Ofen der mit 1,5 m³ Kupferpulver und Zinnpulver besetzt ist ausgeführt. Da diese Reaktion mit starker Wärmetönung erfolgt, soll evtl. das Kupferpulver mit Isobutanol verflüchtigt werden. Vorgegeben ist ein Ofen mit 11 Dampf-Verwärmer. Das Hydrierungsprodukt besteht aus ca. 6% Isobutanol, 3,5% Methanol und 10-15% Dioprof.

b.) Destillation:

Sie wird in einer Glockenboden Kolonne mit 1200 mm ϕ und 6 Böden, auf mit einer Einspritzung von ca. 0,7 stute ausgeführt. Das Methanol wird am Kopf der Kolonne und das Reine Isobutanol an einem Boden abgedreht abgenommen. Im Sumpf zieht man das Dioprof ab. Es werden ca. 400 molo Reine-Isobutanol erhalten.

Jetten
Hr. Dr. Spesen
Dr. Sackmann
Dr. Wirth
D. I. Rottner
Dr. Kamisch
Dr. Moscher
Dr. Laves
Dr. v. Baumbach
Dr. Wiedemann
Dr. Kahr

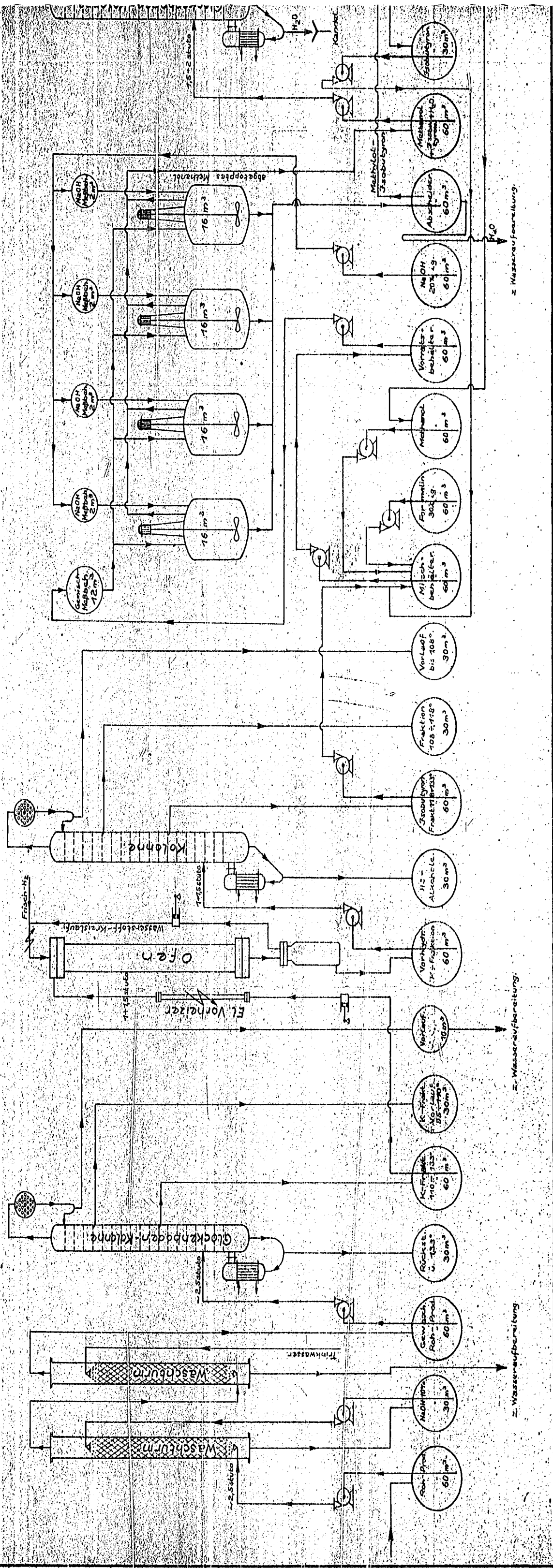
1. Waschung

1. Destillation

Vorhydrierung 2. Destillation

Kondensation, Topper

Methanol



Betrieb: Projekt

Schema einer Isobutanol-Herstellung.

Rein

Kondensation, Topper

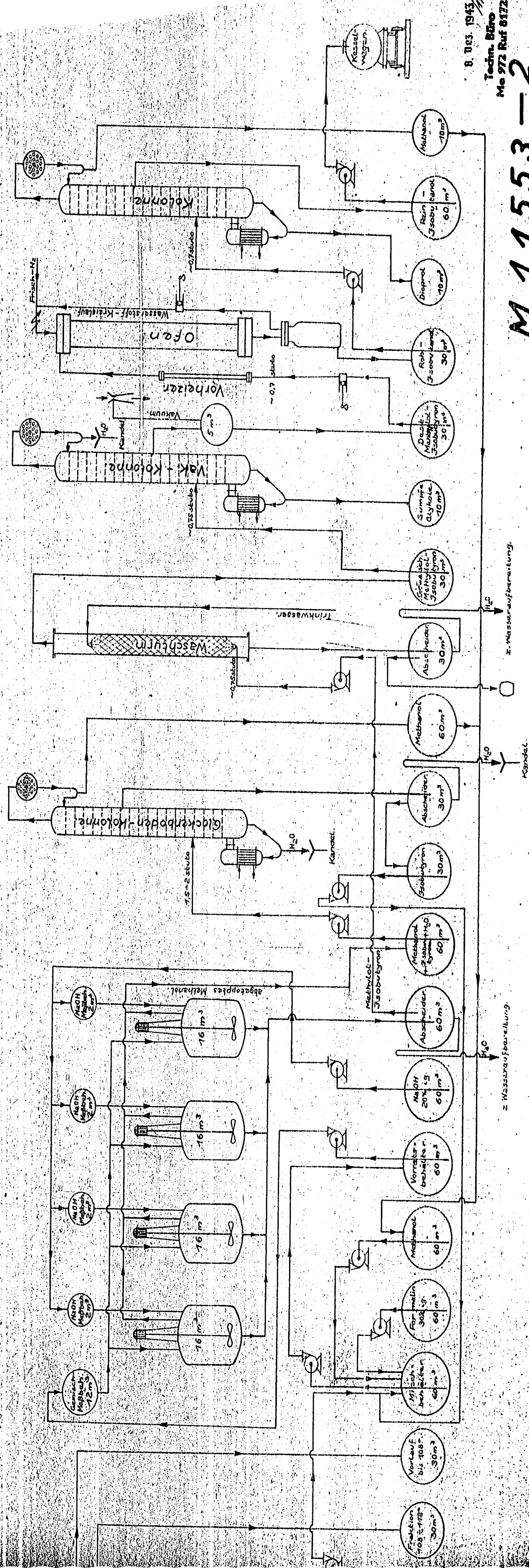
Methanol-Destillation

2. Waschung

Vakuum-Dest.

2. Hydrierung

3. Destillation



Isobutanol-Herstellung

M 11553-2

3 15 48
FACES