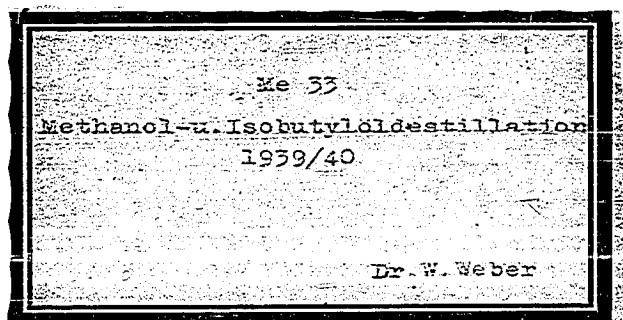


V. 5.



c)

Vertraulich

Methanol- und Isobutyloldestillation

Propyläther - und M₄ - Herstellung

Me 33.

Jahresbericht 1939.

G l i e d e r u n g .

Einleitung

I. Rohmethanol - Entwässerung.

a) Treibstoffmethanol

b) Reinemethanol

II. Reinherstellung von Alkoholen und Isobutyron
aus dem Isobutylöl

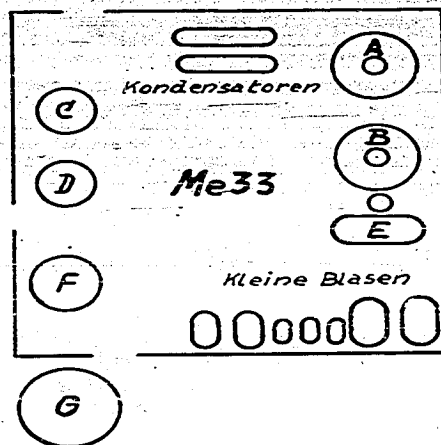
III. Weiterverarbeitung von Alkoholen

IV. Verarbeitung fremder Produkte

V. Kontenmäßige Erfassung der Destillationsvorgänge

VI. Zusammenfassung und Ausblick.

Der Bau 33 ist die Geburtsstätte der Methanol- und Isobutylöldestillation. Ausgehend von 2 Blasen zu 60 cbm Inhalt mit aufgesetzter Raschigkolonne (Kol. A 600 ϕ , Kol. B 464 ϕ , Höhe 18 m) und einigen kleinen Versuchsblasen mit 200 l bis 4000 l Inhalt wurden allmählich kontinuierlich fahrende Glockenbodenkolonnen aufgestellt (Kol. C und D 1500 ϕ mit 60 Böden, später aufgestockt auf 65 Böden, Kol. F 2500 ϕ mit 65 Böden, Kol. G 3000 ϕ mit 65 Böden) sowie für Versuchszwecke eine 10 cbm-Blase mit Glockenbodenkolonne (Kol. E 300 ϕ mit 42 Böden), die auch für sich, unabhängig von der Blase, kontinuierlich gefahren werden kann. Einige weitere kleine Versuchsblasen ermöglichen die Herstellung der verschiedensten Sonderprodukte. Die Aufbauarbeiten sowie die wesentlichsten Zerlegungsmethoden des Rohisobutylöls und Rohmethanols wurden von Dr. Dally durchgeführt.

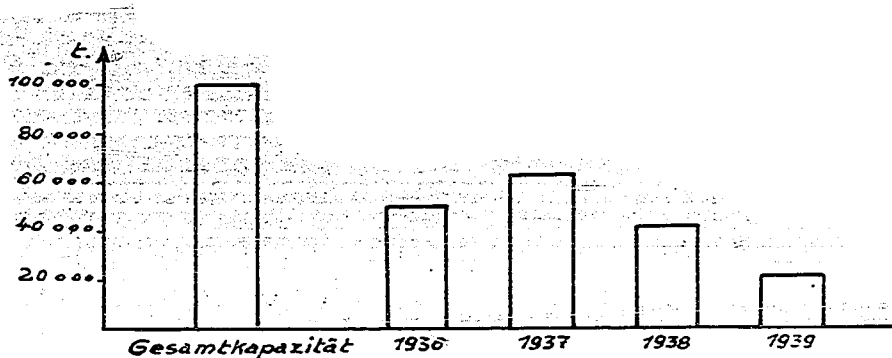


Während die Rohzerlegung des Rohisobutylöls mit der vorausgehenden Entätherung in Me. 490 geschieht, erfolgt in Me 33 die Reinerstellung der im Isobutylöl enthaltenen Alkohole sowie die Verarbeitung des Rohmethanols auf Treibstoffmethanol und Reinmethanol.

I. Rohmethanolentwässerung

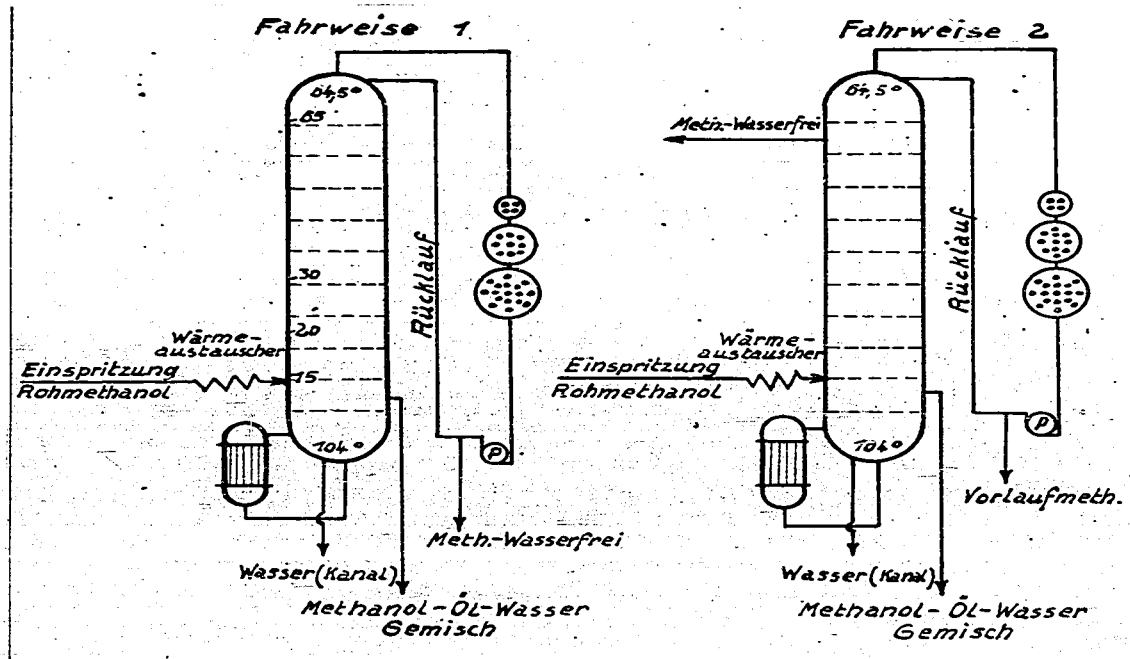
a) Treibstoffmethanol.

Die Entwässerung des Rohmethanols war - wie in den vorhergehenden Jahren - zunächst auf das Hauptprodukt, das Treibstoffmethanol (Methanol wasserfrei) abgestellt. Zu diesem Zweck standen im Bau 33 eine 3 m-Glockenbodenkolonne (Kol. G) und eine 2,5 m-Glockenbodenkolonne (Kol. F) mit je 65 Böden zur Verfügung. Die Kapazität dieser beiden Kolonnen gelangte, wie die folgende Aufstellung über die letzten 4 Jahre zeigt, nicht voll zur Ausnutzung.



Als maximale Einzelleistungen wurde an Kol. G (3 m ϕ) ein Durchsatz von 15 cbm/h Rohmethanol, an Kol. F (2,5 m ϕ) ein Durchsatz von 9 cbm/h erreicht.

Die Fahrweise der kontinuierlich arbeitenden Kolonnen ist aus dem folgenden Schema ersichtlich. Dieses gilt für beide Kolonnen, die unabhängig voneinander in gleicher Fahrweise laufen können. Dabei bezieht sich die Fahrweise 1 auf ein Rohmethanol von guter Qualität, die Fahrweise 2 auf ein solches von schlechter Qualität.



Das Rohmethanol wird mit Lauge zur Neutralisation der in Mengen von weniger als 0,05% enthaltenen freien Säuren versetzt. Diese Neutralisation ist wichtig, um eine Korrodierung der Kolonne bei der Entwässerung (vorzugsweise findet der Angriff im unteren Teil der Kolonne mit zunehmender Anreicherung des Wassers statt) zu verhindern. Die Einspritzung erfolgt etwa am Boden 15 der Kolonne, und das wasserfreie Methanol wird entweder am Kopf der Kolonne (Fahrweise 1) oder am Boden 56 bis 61 (Fahrweise 2) abgezogen. Das Verhältnis Rücklauf zu Abnahme Boden 56 - 61 beträgt etwa 2,2 : 1. Das Treibstoffmethanol muß unbedingt wasserfrei sein, da sonst die Gefahr der Entmischung des Treibstoffes bestehen würde. Als Tests sind folgende Werte festgelegt, von denen z.B. der Aldehydttest gewisse Bedeutung hat, da ein zu hoher Aldehydgehalt evtl. zu Verpichungen (Ventile!) führen kann:

1) Spindelanzeige.

Die Spindelanzeige muß mindestens 99,2 Gewichtsunterteile betragen.

2) Verdampfungsrückstand.

Ier Verdampfungsrückstand darf nicht mehr als 0,005 g in 1000 g des durch einen Glasfiltertiegel 1 0 3 filtrierten Methylalkohols betragen.

3) Kupferfreiheit.

Der Methylalkohol muß praktisch kupferfrei sein.

4) Säurezahl.

Die Säurezahl des Methylalkohols darf 1,5 nicht überschreiten, wobei als Säurezahl die in 100 ccm gefundene Säuremenge, berechnet auf mg Essigsäure, verstanden wird.

5) Empyreumatische Stoffe.

Bei der Prüfung mit Schwefelsäure darf nur höchstens eine schwach gelbliche Färbung eintreten: Stufe II. +)

6) Aldehydfreiheit.

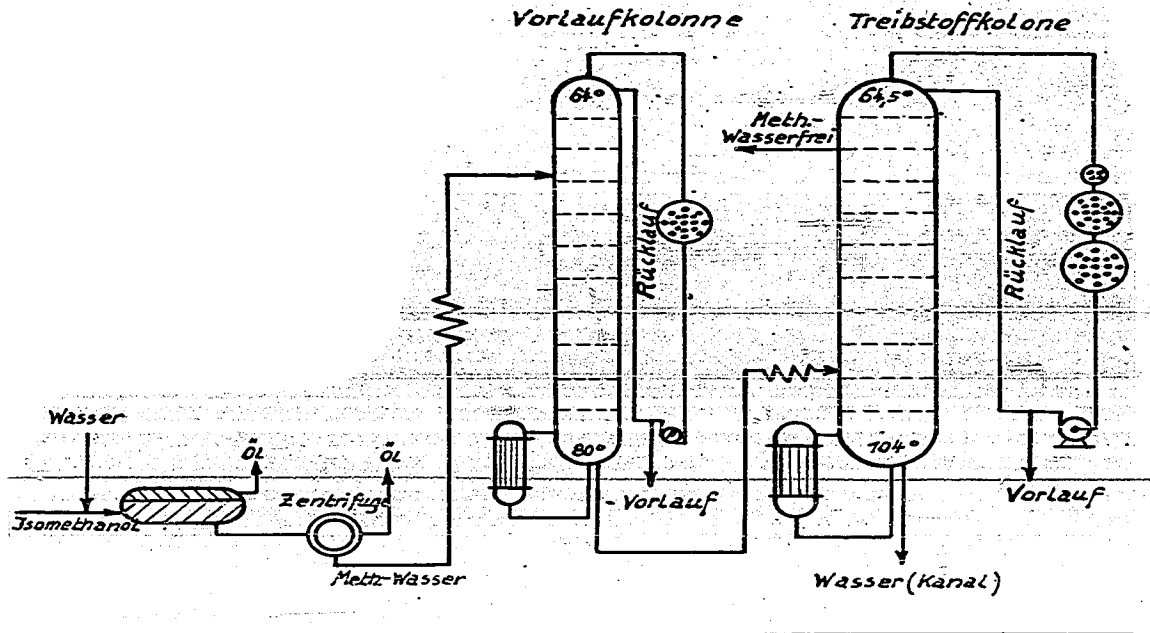
Der Methylalkohol darf keine Aldehyde enthalten.
(Stufe II). +)

Die Hauptmenge des Wassers (das Rohmethanol enthält etwa 8% Wasser) kann vom Sumpf der Kolonne in den Kanal abgelassen werden. Der Rest des Wassers wird gemeinsam mit den im Rohmethanol enthaltenen höheren Alkoholen (hauptsächlich Isobutylalkohol) und etwas Methanol am Boden 5 bis 15 der Kolonne abgezogen. Dieses Gemisch enthält die 3 Komponenten Methanol, Öl und Wasser zu etwa gleichen Teilen. Es wurde bisher nicht für sich weiter aufgearbeitet, sondern der Verarbeitung des Rohisobutylöls zugeleitet. Der Vorlauf aus dem Rohmethanol, der bei Fahrweise 2 anfällt (etwa 1 - 3% des Rohmethanols) enthält als Verunreinigungen Aldehyde, Ester, Kohlenwasserstoffe, empyreumatische Stoffe und Spuren von Säuren, die die Qualität des geforderten Treibstoffmethanols wesentlich beeinflussen. Ihre Entfernung ist deshalb bei schlechterem Rohmethanol durch Abtrennung eines Vorlaufes notwendig.

Die Aufarbeitung dieses Vorlaufes erfolgt in gleicher Weise wie die Herstellung des Treibstoffmethanols aus einem anderen Ausgangsprodukt, nämlich aus dem bei der Rohisobutylölzerlegung anfallenden Rohisobutylmethanol. Dieses kurz als "Isomethanol" bezeichnete Produkt enthält die obengenannten Verunreinigungen in mehrfacher Menge, so daß es einer besonderen Aufarbeitung bedarf, um zu der geforderten Treibstoffqualität zu gelangen. Das "Isomethanol" wird mit etwa der gleichen Menge kalkfreien Wassers versetzt, das sich absetzende Öl in einem Absatzbehälter abgetrennt, zur restlosen Entfernung des Öls zentrifugiert und dann über eine Vorlaufkolonne gefahren. Nach Abtrennung eines Vorlaufes von etwa 5 - 15% gelangt das als Sumpf abgezogene Methanol-Wassergemisch zur Entwässerung in die Treibstoffkolonne, wo es nach Fahrweise 2 aufgearbeitet wird. Die Vorläufe werden wieder mit Wasser versetzt, vom Öl getrennt, zentrifugiert usw. Für die Vorlaufdestillation genügt eine Raschigkolonne. Die Einspritzung erfolgt im oberen Drittel der Kolonne.

- 6 -

+) Entspricht der Färbung einer n/1200 Jodlösung.

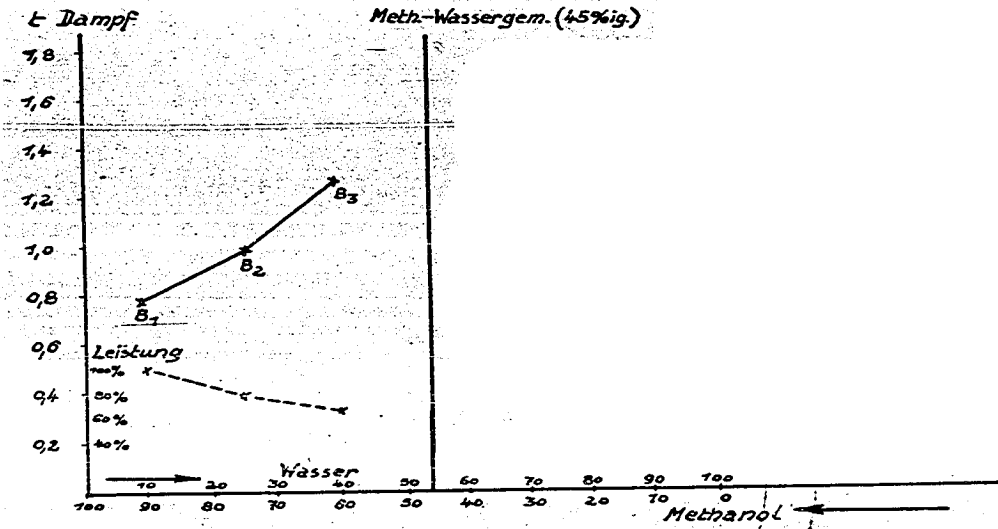


Als Vorlaufkolonne wurde die im Bau 490 stehende Kol. 1 benutzt, und das Produkt über die dort ebenfalls befindlichen Zentrifugen durch eine Leitung nach Me 33 geführt, wo dieses Methanol-Wassergemisch meist zusammen mit Rohmethanol in den Kolonnen F und G verarbeitet wurde.

Die folgenden Beispiele sollen zeigen, wie sich die Dampfverbräuche bei der höchstmöglichen Belastung der Kolonne mit steigendem Wassergehalt erhöhen, wobei gleichzeitig eine Verminderung der Leistung an wasserfreiem Methanol eintritt.

	Beispiel 1	Beispiel 2	Beispiel 3
Einspr. Rohmethanol	12,0 t	7,5 t	4,0 t
" Meth. Wassergemisch (45%lg)	-	4,3 t	8,3 t
Abnahme Treibstoffmethanol	10,7 t	8,5 t	7,2 t
Dampfverbrauch	8,4 t	8,3 t	9,1 t
" " pro t Treibstoff	0,78 t	0,98 t	1,27 t
Leistungsverminderung		21%	33%

Etwas deutlicher ist der Einfluss des Wassers ersichtlich, wenn man die Dampferbräuche pro t Treibstoffmethanol kurvenmäßig der Zusammensetzung Methanol-Wasser (Beispiel 1 - 5) gegenüberstellt. Die gestrichelte Linie stellt die Leistungsverminderung dar.



Für Methanol-Wassergemisch allein (45% Methanol, 55% Wasser) würde sich ein Dampferverbrauch von etwa 1,6 t ergeben bei einer Leistungsverminderung von etwa 42%. Rechnet man 0,3 t Dampf als Dampferverbrauch bei der Vorlaufdestillation dazu, so ergibt sich für die Anarbeitung des Isomethanols zu Methanol wasserfrei von Treibstoffqualität gut die doppelte Dampfmenge gegenüber dem Treibstoffmethanol aus Rohmethanol.

b) Reinnmethanol.

Nachdem die Beimischung von Äthanol und Methanol zum Treibstoff allmählich zurückgegangen war, und im September des Jahres der Vertrag mit der Reichsmonopolverwaltung ablief, galt es, die vorhandene Destillationskapazität für andere Zwecke einzusetzen. Die Versuche, Reinnmethanol kontinuierlich aus dem Rohmethanol herzustellen, waren bereits im vorhergehenden Jahre an der Kolonne E im Bau 33 durchgeführt worden. Der Bedarf an Reinnmethanol war besonders durch den Einsatz von Formaldehyd auf dem Kunststoffgebiet derart angestiegen, daß die Fabriktionen in Leverkusen, Ludwigshafen und Wolfen kaum zur Deckung ausreichten. Besondere Gründe veranlaßten sogar Ludwigshafen, die Reinnmethanoldestillation einzustellen, so daß es sich als sehr glückliche Lösung erwies, daß Leuna mit seiner vorhandenen Destillationskapazität für die Herstellung von Reinnmethanol einspringen konnte.

Das Reinnmethanol ist durch eine Vereinbarung zwischen der H. I. G. und der I. G. in seiner Qualität festgelegt worden. Es müssen folgende Forderungen erfüllt sein:

Reinheitsforderungen für Reinnmethanol.

- 1) Aussehen: Wasserhell und klar.
- 2) Geruch: Es soll der Methanolgeruch vorherrschen und nicht der Geruch etwaiger Verunreinigungen.
- 3) Neutralität:
 - a) gegen Lackmuspapier neutral,
 - b) 50 ccm Wasser werden mit 2 Tropfen 0,1%iger wässriger p-Nitrophenollösung gemischt und wenn nötig, tropfenweise mit 0,01 n-Salzsäure auf farblos gestellt. Nach Zugabe von 50 ccm Methanol darf die Mischung keine Gelbfärbung annehmen, muß aber auf Zusatz von 0,1 ccm 0,1 n-Natronlauge eine solche zeigen.
- 4) Dichte: Die im Pyknometer bestimmte Dichte $D_{\frac{20}{40}}$ darf nicht über 0,7920 liegen.
- 5) Destillation: 100 ccm Methanol werden aus einem 150 ccm fassenden Fraktionierkolben mit einer Geschwindigkeit von 4 - 5 ccm/Minute destilliert. Am Übergang ist ein in $\frac{1}{10}^{\circ}$ geteiltes Thermometer eingesetzt. Als Siedebeginn gilt die Temperatur, bei der der 5. Tropfen vom Kühlerboden abfällt, als Siedeende diejenige, bei der der Kolbenboden eben trocken wird. Das zwischen diesen beiden Temperaturen liegende Siedeintervall darf höchstens 1,0^o betragen.
- 6) Mischbarkeit mit Wasser: Bei allmählichem Zumischen von 80 ccm destilliertem Wasser zu 20 ccm Methanol darf weder während des Zumischens noch innerhalb 30 Min. nach vollendeter Zumischung eine Trübung oder ein Niederschlag auftreten.

- 7) Schwefelsäureprobe: 5 ccm Methanol werden in einem Glasstöpselzylinder von 25 ccm Inhalt mittels Pipette mit 10 ccm reiner konzentrierter Schwefelsäure unterschichtet, worauf 2 - 3mal durchgemischt wird. Die Mischung darf nach 10 Minuten nicht intensiver gefärbt sein, als eine Lösung von 0,1 g Kaliumbichromat in 1000 ccm 50%iger Schwefelsäure.
- 8) Permanganatprobe: 100 ccm Methanol von 17 - 18° werden mit 1,3 ccm Kaliumpermanganatlösung (1g in 1000.ccm) gemischt und die Mischung in einem Wasserbad von 17 - 18° stehen gelassen. Die Permanganatfärbung der Lösung darf, vom Zusatz des Permanganats an gerechnet, nicht vor Ablauf von 10 Minuten verschwinden.
- 9) Acetongehalt: In einem 500 ccm-Erlenmeyer-Kolben werden 30 ccm 1 n-Natronlauge und 100 ccm Methanol in Eiswasser abgekühlt, mit 50 ccm 0,1 n-Jodlösung gemischt, nach 5 Minuten langem Stehen in Eiswasser mit 31 ccm 1 n-Schwefelsäure angesäuert und nach abermaligem 2 Minuten langem Stehen in Eiswasser mit 0,1 n-Thio-sulfat gegen Stärke zurücktitriert. 1 ccm verbrauchte 0,1 n-Jodlösung entspricht 0,0012% Aceton. Der Acetongehalt soll unter 0,1% liegen.
- 10) Eisengehalt: 100 ccm filtriertes Methanol werden mit 3 ccm Perhydrol und 5 ccm Ammoniak konz. gemischt, kurze Zeit bis nahe an den Siedepunkt erhitzt und filtriert. Die Bestimmung des auf dem Filter zurückbleibenden Eisenhydroxyds kann nach Lösen in Salzsäure kolorimetrisch mittels der Rhodanfärbung erfolgen.
Eine zweite Probe von 100 ccm filtriertem Methanol wird in einer Porzellanschale verdampft und im Verdampfungsrückstand wird, unter Anwendung der gleichen Mengen Reagentien wie oben, der Eisengehalt bestimmt. Aus der Differenz beider Werte ergibt sich der Gehalt an Eisen in Form von Eisencarbonyl. Wünschenswert ist ein Carbonyleisengehalt berechnet als Fe nicht höher als 0,06 mg Fe im Liter.
- 11) Chlor- und Schwefelgehalt: Die Bestimmung des Chlor- und Schwefelgehaltes wird nicht als regelmäßige Bestimmung aufgenommen, sondern nur in besonderen Fällen ausgeführt. Sie erfolgt dann nach Grote-Krakeler (Z. angew. Chem. 86.106. 1933).
Der Chlor- und Schwefelgehalt des Reinstmethanols liegt bei je etwa 0,0001%.

Gegenüber dem Treibstoffmethanol treten also als wichtigste Tests Beständigkeit gegenüber Oxidationsmittel ($KMnO_4$), einwandfreier Methanolgeruch und Gehalt an Carbonyleisen unterhalb eines bestimmten Wertes hinzu. Um diese verschärften Anforderungen zu erreichen, waren folgende Maßnahmen ausgearbeitet worden:

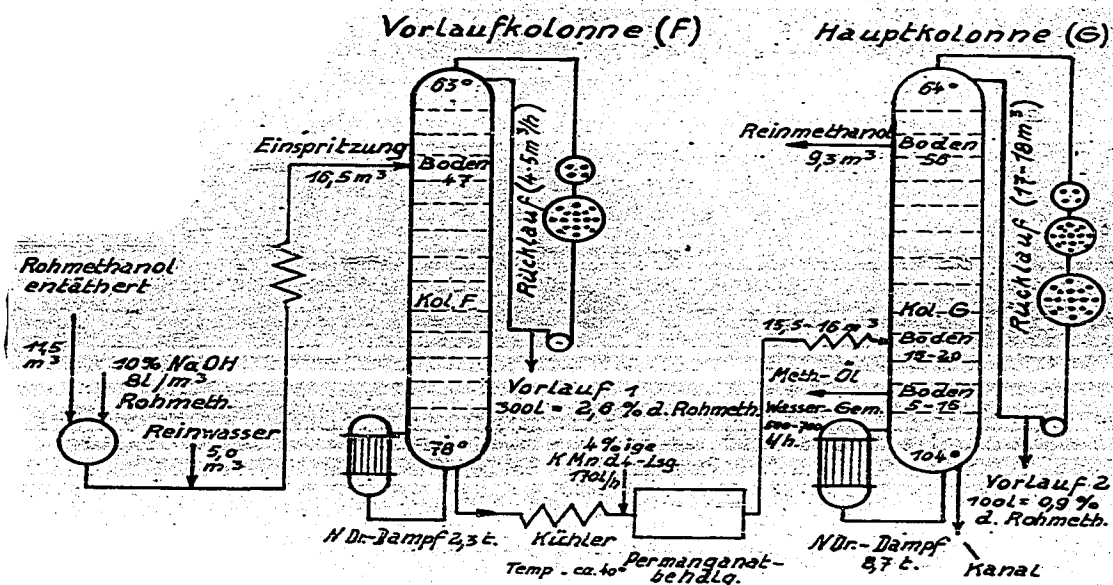
- 1) Destillation unter Wasserzusatz (etwa die Hälfte des Rohmethanols) zur besseren Abtrennung der in den Vorlauf gehenden Verunreinigungen (Kohlenwasserstoffe, Aldehyde usw., gleichzeitig findet eine teilweise Hydrolyse des Karbonyleisens statt).
- 2) Zusatz von Kaliumpermanganat zur Entfernung oxydabler Substanzen.
- 3) Zusatz von Zinkchlorid zur Geruchsverbesserung (es werden hauptsächlich die Amine gebunden).

Diese Raffination des Rohmethanols mit der anschließenden Entwässerung war bisher periodisch in Blasendestillationen in den obengenannten Werken Ia, Wo und Lév. ausgeführt worden.

Es wurde nun hier in Leuna von Anfang an versucht, den Prozess kontinuierlich zu gestalten. Durch Versuche galt es auch, das wegen seiner korrodierenden Wirkung unerwünschte Zinkchlorid durch ein anderes Raffinationsmittel zu ersetzen. Hierbei zeigte es sich, daß eine 10%ige Natronlauge an zwei verschiedenen Stellen in den Prozess eingeführt das Zinkchlorid gut zu ersetzen vermochte. Da die Lauge gleichzeitig auch die im Rohmethanol vorhandenen organischen Säuren band, war der Schutz der Apparatur auch von dieser Seite her gewährleistet. Besonderes Augenmerk wurde auch darauf verwendet, den bei der Permanganatbehandlung anfallenden Mangandioxyhydratschlamm in einer leicht zu handhabenden Form restlos aus dem Prozess zu entfernen. Dies geschah anfangs in wechselweise schaltbaren Absetzbehältern, die etwa alle 3 Wochen außer Betrieb genommen und von Hand gereinigt wurden. Durch Aufstellung einer Batterie von hintereinandergeschalteten Behältern mit kontinuierlicher Entschlammung über 3 Filterpressen wurde ein vollkommen klares Einspritzprodukt für die Entwässerungskolonne erzielt. Der von den Filterpressen angefallene Schlamm wurde nach Waschung und kurzer Trocknung in stückiger Form wieder an die Bezugsstelle von Kaliumpermanganat nach Bitterfeld zurückgesandt. Außer etwas Eisen enthält das noch wasserhaltige Mangandioxyhydrat keine anderen Verunreinigungen.

Vor der Aufnahme der Rohmethanolproduktion in den Kolonnen F und G wurden die beiden Kolonnen durch Auswechseln der aus früheren Zeiten noch korrodierten Glocken der untersten 10 Böden und Neuberohrung des Kondensators an Kol. G überholt.

Die Fahrweise für die Reinformethanolherstellung ist aus folgendem Schema zu erkennen:



Das Rohmethanol wird nach der Neutralisation mit Lauge mit der halben Menge Wasser versetzt. Als Reinwasser dient, da infolge des Ölgehaltes das Kondensat aus dem Niederdruckdampf nicht verwendbar ist, Kesselspeisewasser aus einer vorüberführenden Leitung. Die Verwendung von Trinkwasser scheitert an dem hohen Kalkgehalt, der die Gefahr einer Verschlämung und Verstopfung der Vorlaufkolonne mit sich bringen würde. Das Methanol-Wassergemisch wird dann zunächst über eine Vorlaufkolonne gefahren, um eine möglichst gute Abtrennung der im Methanol leicht flüchtigen Verunreinigungen zu erzielen. Diese müßten sonst an der Hauptkolonne durch das am Boden 56 abgezogene Reinformethanol durchdestillieren, wobei ein Teil im Reinformethanol verbleibt und dessen Qualität herabmindert. Die Menge des an der Vorlaufkolonne abzunehmenden Vorlaufs ist von der Rohmethanolqualität abhängig. Wie sich dieser Vorlauf 1 von dem an der Hauptkolonne nochmals abgenommenen Vorlauf 2 unterscheidet, ist aus den hauptsäch-

lichsten Analysentesten gut ersichtlich:

	<u>Vorlauf 1</u>	<u>Vorlauf 2</u>
d_{15}°	0,7952	0,7961
Bromzahl +)	23	1,0
Permanganatbest.	0 Min.	2 Min.
Aldehydstufe ++)	4	0-1

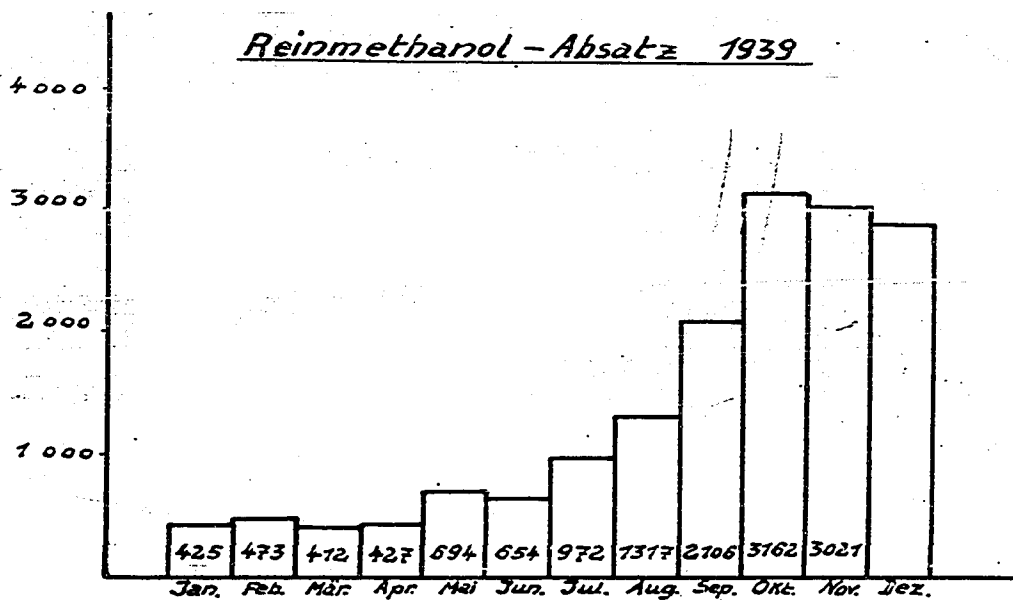
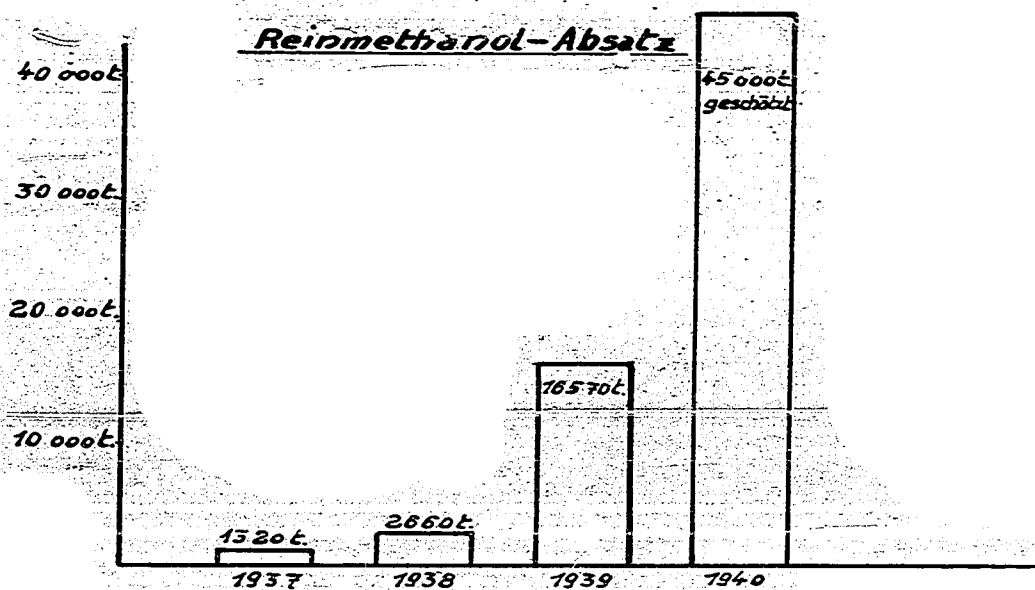
Das Vorschalten der Vorlaufkolonne bringt gleichzeitig eine Ersparnis an Kaliumpermanganat, da dabei ein großer Teil der oxydablen Verunreinigungen entfernt wird.

Die Vorläufe werden normalerweise nicht aufgearbeitet, da der Bedarf an wasserfreiem Methanol durch sie gedeckt werden kann. Ein weiteres Ventil bildet auch die Isobutylölsynthese, wo das Methanol an Stelle von Synthesegas verwendet werden kann. Zeitweise wurde jedoch auch eine Rückführung der Vorläufe vorgenommen, indem sie der gleichen Hochdruckwasserstoffbehandlung unterworfen wurden wie sie für die Reinigung der Alkohole aus dem Isobutylöl durchgeführt wird, um vor allem die störenden Aldehyde, Ester, ungesättigten Verbindungen usw. zu entfernen.

Durch die Wasserzumischung, wie auch durch das Schalten einer Kolonne als Vorlaufkolonne (Kol. F), ist die Leistungsfähigkeit für Reinformethanol gegenüber der Treibstoffmethanolherstellung um ein Bedeutendes verringert. Sie beläuft sich auf etwa 5 000 Moto Reinformethanol.

Der Absatz an Reinformethanol ist aus der nachfolgenden Aufstellung zu ersehen:

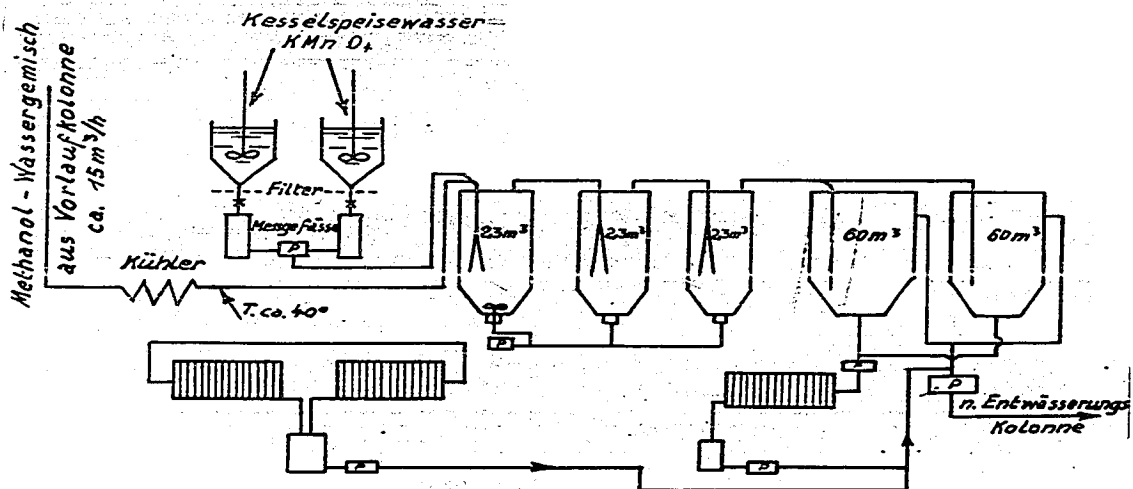
-
- +) Die Bromzahl gibt den Verbrauch einer 0,15-n Br-Lösung in ccm an, bezogen auf 100 ccm angewandtes Methanol
 - ++) Farbreaktion mit m-Phenylendiamin in 10 festgelegten Stufen (Stufe 10 = stärkste Färbung)



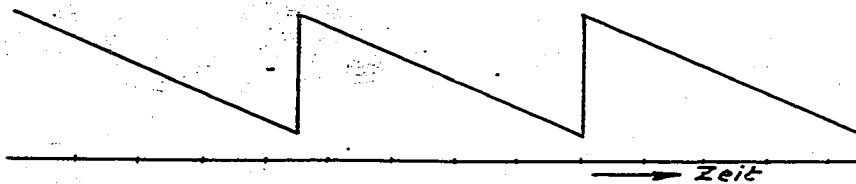
Bei sehr gutem Rohmethanol und einer verlangten Reinmethanolqualität, die nicht über den Hiag-Bedingungen liegt, kann die Vorlaufkolonne weggelassen und durch etwas erhöhten Kaliumpermanganatverbrauch sowie Erhöhung des Vorlaufes an der Entwässerungskolonne eine ausreichende Reinmethanolqualität erzielt werden. Die Leistungsfähigkeit der beiden Kolonnen beträgt in diesem Fall etwa 7 500 Moto

Der Sumpf der Vorlaufkolonne gelangt über einen Kühler (Abkühlung auf etwa 40° , um bei der folgenden Kaliumpermanganatbehandlung eine Überoxydation (Formaldehyd) zu vermeiden) in die Permanganatanlage.

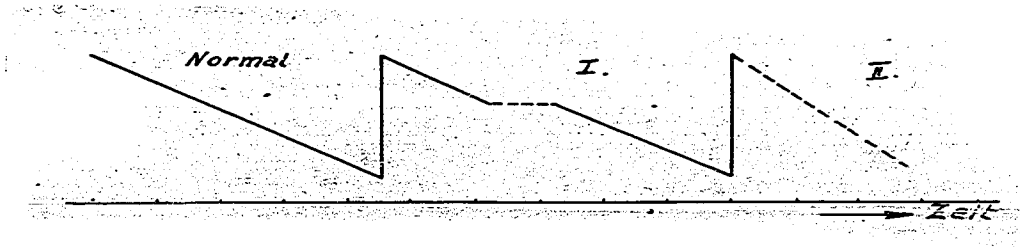
Die Apparatur zur Kaliumpermanganatbehandlung und zur Entfernung des Mangandioxydhydratschlammes ist, von zwei wechselweise schaltbaren Absetzbehältern ausgehend, aus denen der Schlamm von Zeit zu Zeit mit Hand entfernt wurde, zu einer Batterie von Tanks mit Filterpressen in halbkontinuierlicher Fahrweise entwickelt worden.



Das am Eingang des ersten Behälters mit $K Mn O_4$ -Lösung versetztes Methanol-Wassergemisch durchläuft die 3 Tanks zu 23 cbm und dann mit einer Umschaltzeit von etwa 4 - 5 Stunden jeweils einen der Behälter mit 60 cbm Inhalt. Hier werden die letzten mitgerissenen Schwabestoffe abgesetzt, so daß ein vollkommen klares Produkt in die Kolonne gelangt. Der Schlamm (Mangandioxyhydrat) wird laufend über 3 Filterpressen abgezogen, mit Wasser gewaschen, durch Stickstoff von der Restflüssigkeit befreit und dann nach Zerkleinerung der Kuchenstücke auf Blechen in einem Trockenschrank getrocknet und in Fässern versandt. Die Zuführung der $K Mn O_4$ -Lösung zu dem Methanol-Wassergemisch war ursprünglich -um eine möglichst gute Durchmischung zu erhalten- in die Leitung direkt hinter dem Kühler erfolgt. Es zeigte sich aber, daß sich trotz der nicht sehr geringen Geschwindigkeit (1,1 m/Sek.) bereits in der Leitung soviel Schlamm absetzte, daß die Leitung allmählich zuging. Die Zugabe konnte deshalb erst am Eingang in den Absetzbehälter erfolgen, wobei trotzdem noch eine gute Verteilung eintritt. Für die Entfernung des abgesetzten Schlammes aus den Behältern ist eine Schabevorrichtung notwendig, die den Schlamm von der Bodenwandung auf den Absangstutzen schiebt, da sich sonst der Schlamm weitgehend verfestigt, so daß ein selbständiges Nachrutschen nicht mehr erfolgt. Zu diesem Zweck wurde an einem Behälter eine durch einen Antrieb langsam über den Boden gleitende Kette, die an einem Bügel hing, eingebaut. Diese oder eine ähnliche Vorrichtung (evtl. Stahlbürsten) muß, durch einen mechanischen Antrieb versehen, an sämtlichen Behältern angebracht werden. Die gesamte Absetzanlage mit einer durchschnittlichen Verweilzeit von etwa 8 Std. (bei etwa 15 cbm/h Durchsatz), wovon noch die Reaktionszeit für den Umsatz mit $K Mn O_4$ abgeht, ist aus vorhandenen Behältern aufgebaut und dürfte für eine Neuanlage etwas reichlicher sein. Als Messung für die Zugabe der Kaliumpermanganatlösung hat sich eine auf einem Schreiber übertragene Stickstoff-Sprundelmessung bewährt, die die Standabnahme in 2 wechselweise schaltbaren Messgefäßen in Form einer je nach dem Maß der Abnahme mehr oder weniger geneigten Geraden wiedergibt. Eine einmalige Eichung ergibt den jeweils erforderlichen Winkel.

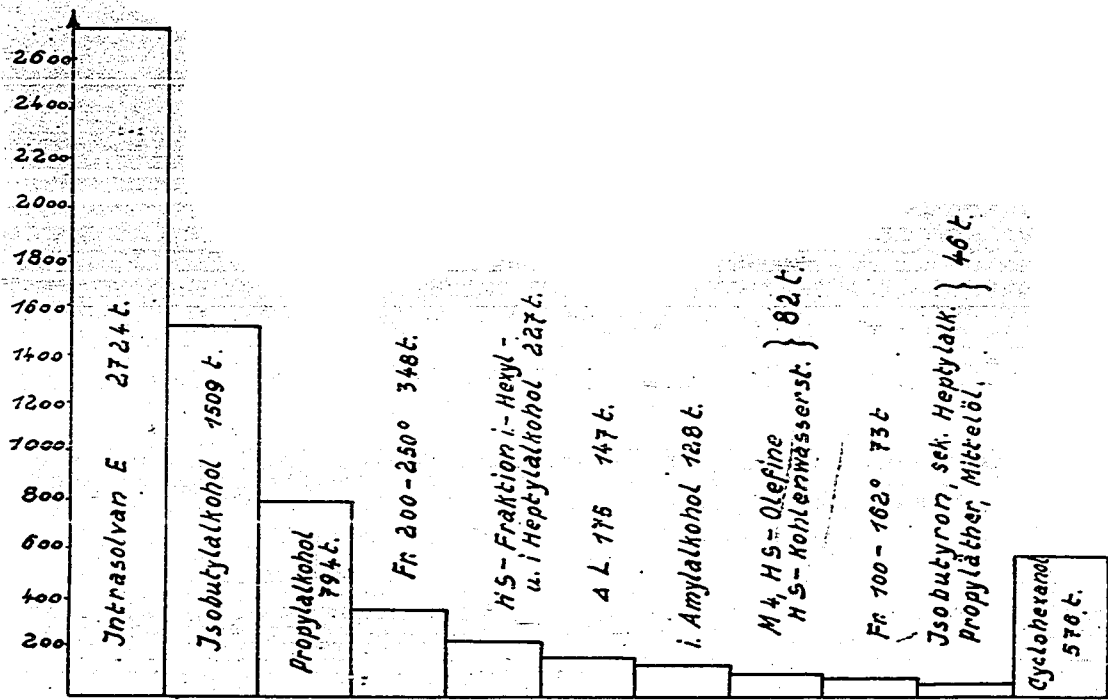


Eine Störung, z.B. Aussetzen der Pumpe, wird sich sofort durch Waagrecht-schreiben (I) anzeigen, eine Veränderung der Menge ergibt eine andere Neigung (II).

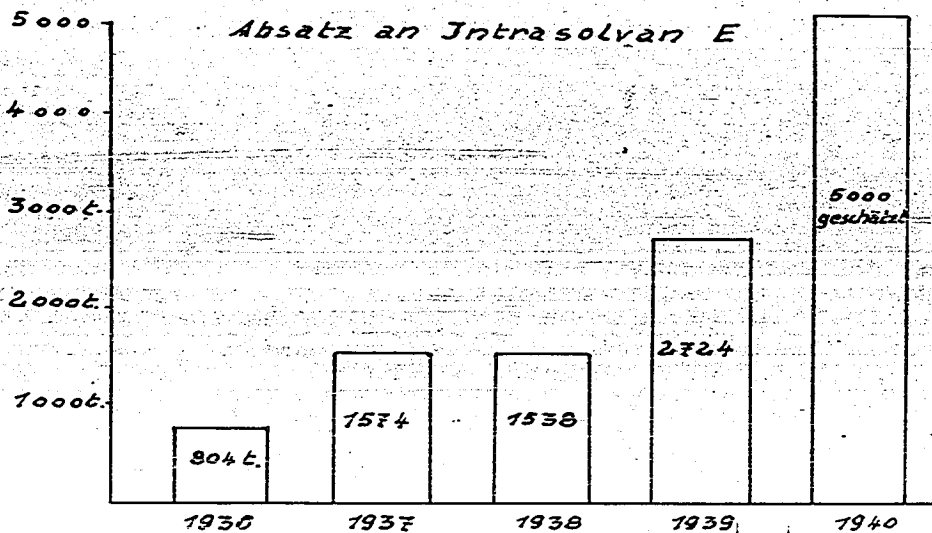


Die Spitzen sind jeweils durch das Umtellen oder Auffüllen der Messgefäße gegeben. Andere Messungen, z.B. Drosselscheiben, Rotameter usw. scheiterten an der intensiven Färbung oder an der nicht zu verhindernden Bildung von Mangan-dioxyhydratschlamm, was eine Verstopfung der Kapillaren zur Folge hatte.

Folgende Aufstellung gibt den mengenmäßigen Anteil der einzelnen Produkte als Jahresabsatz wieder:



Den mengenmäßig ersten Platz unter den Reinprodukten nimmt das Intrasolvan E ein. Es wird als Lösungsmittel direkt oder in Form des Acetats (Herstellung des Acetats in Höchst) verwendet. Wie die folgende Aufstellung zeigt, hat das Intrasolvan E in den letzten Jahren einen starken Auftrieb erfahren.



Das Intrasolvan E besteht zu etwa 80% aus Isobutylalkohol, der Rest aus i-Amylalkohol mit geringen Anteilen von sekundären Alkoholen. Die Herstellung erfolgt durch Vermischen von Isobutylalkohol roh mit einer hydrierten Amylalkoholfraktion unter Einhaltung einer festgelegten Siedekurve. Die Wasserstoffbehandlung der Amylalkoholfraktion ist nötig zur Beseitigung von Ketonen, Aldehyden usw., die eine Säuerung des Produktes ergeben würden. Gleichzeitig wird damit eine Verbesserung des Geruches erreicht. Die Mischung, die bisher in Ansätzen zu etwa 30 cbm durchgeführt wurde, wird nunmehr nach dem starken Ansteigen des Bedarfes in einer Menge von etwa 500 cbm zum Ansatz gebracht. Sie erfolgt in einem 1000 cbm-Tank in 933 durch Umpumpen mit einer starken Kreiselpumpe.

Zur Darstellung der reinen Alkohole Propylalkohol, Isobutylalkohol, Amylalkohol usw. werden die Rohalkohole sämtlich der Hochdruckwasserstoffbehandlung unterworfen und dann einer scharfen Fraktionierung, meist mit Zusätzen wie Wasser, Methanol usw., zur Entfernung der Verunreinigungen unterzogen. Ausgehend von der periodischen Blasendestillation wurden alle Produkte, soweit sie bei gewöhnlichem Druck destillierbar waren, allmählich auf kontinuierliche Destillationsweise umgestellt, was außer Zeitersparnis eine beträchtliche Verbilligung durch geringeren Dampfverbrauch brachte. Das folgende Beispiel mit Isobutylalkohol soll diese Unterschiede in der Destillationsweise klarlegen. Da bei der periodischen Destillation lediglich eine Raschigkolonne zur Verfügung stand, die kontinuierliche aber in einer Glockenbodenkolonne durchgeführt wurde, läßt sich gleichzeitig die bessere Wirkung der Glockenbodenkolonne (an den verminderten Vor- und Nachläufen) erkennen.

Ausgangsprodukt: Isobutylalkohol hydriert mit etwa 0,5% Wasser, 3-5% Propylalkohol und etwa 1% Essigsäure neben den in geringen Mengen vorhandenen Verunreinigungen (Olefine, Kohlenwasserstoffe usw.).

1) Periodische Destillation.

In einer 60 cbm-Blase mit 18 m hoher Raschigkolonne (\varnothing 465, Faltenkörper ca. 40 mm, Füllhöhe 17 m) werden etwa 52 cbm Produkt mit einem Zusatz von etwa 1% Wasser mit Hochdruckdampf von 14 atü (Heizfläche der Schlangen 52 qm) destilliert. Es geht zunächst ein wasserhaltiges Azeotrop von Propyl-Isobutylalkohol über, das allmählich an Wasser und Propylalkohol verarmt und zwar rascher an Wasser, als Propylalkohol. Die Destillation ergibt dabei etwa folgendes Bild:

Wasserhaltiges Propyl-Isobutylalkoholgemisch	10%
Wasserfreies "	20%
Isobutylalkohol rein	66%
Rückstand	3-4%

Der erste Vorlauf geht zur Entwässerung, während das wasserfreie Propyl-Isobutylalkoholgemisch der nächsten Charge wieder zugesetzt wird. Der Rückstand, der noch Isobutylalkohol enthält, kann ebenfalls wieder eingesetzt werden. Das Verhältnis Destillat : Rücklauf ändert sich im Verlauf der Destillation von etwa 1:7 bis 1:2,5. Als Dampfverbrauch ergibt sich pro t Isobutylalkohol rein eine Menge von 2,4 t. Die mittlere Leistung an Isobutylalkohol rein beträgt über die ganze Destillation berechnet - 0,23 t/h.

2) Kontinuierliche Destillation.

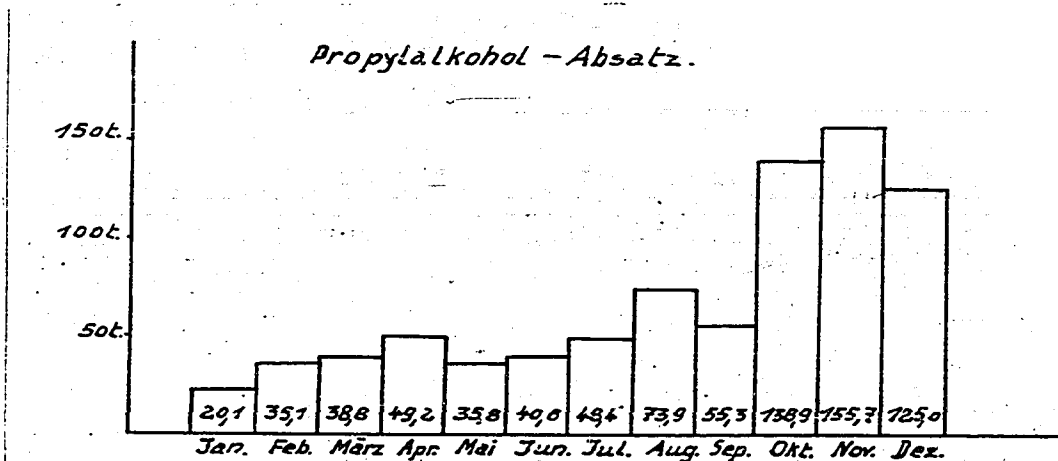
Glockenbodenkolonne 1,5 m \varnothing , 65 Böden. Einspritzung Boden 10. Entnahm

des Isobutylalkohols rein Boden 20-25. Vorlauf wird vom Rücklauf abge-
 zweigt. Durchsatz 1,3 - 1,5 cbm/h.

Vorlauf wasserhaltig	5%
" wasserfrei	0
Isobutylalkohol rein	93-94%
Rückstand	1%

Es zeigt sich, daß die an der Raschigkolonne im diskontinuierlichen Verfahren so
 schwer erfolgende Trennung Propylalkohol-Isobutylalkohol praktisch vollkommen ge-
 lingt. Der Vorlauf geht dabei auf etwa 1/6 zurück, und der Rückstand entspricht
 dem tatsächlichen Gehalt an Höher-siedendem. Der Dampfverbrauch pro t Isobutylal-
 kohol beträgt nur 0,7 t und die Leistung etwa 1,1 t/h. Trotz der geringeren Stun-
 denleistung der Glockenbodenkolonne - sie müßte, wenn man den Durchmesser einer
~~Kolonne als Maß für die Leistung ansetzt, etwa 2,3 t/h betragen (Durch-~~
~~messer verhalten sich wie 1:10) - beträgt der Dampfverbrauch pro t Isobutylalkohol~~
 nur etwa den 3,5. Teil gegenüber der periodischen Destillation.

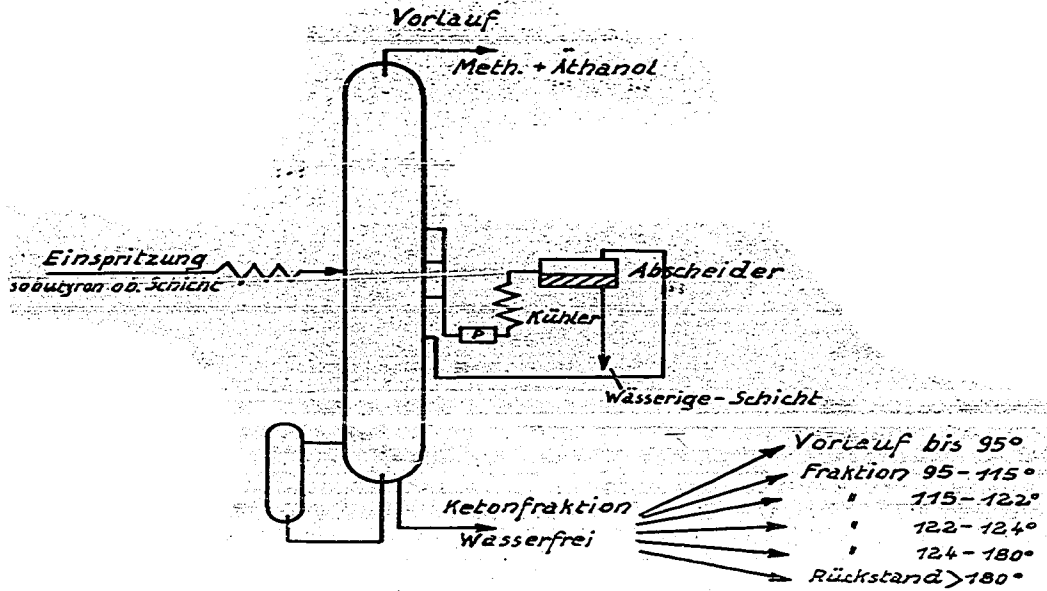
Eine interessante Aufwärtsentwicklung hat der in Mengen von 1,5 - 1,8% im Roh-
 isobutylöl enthaltene Propylalkohol erfahren. Er wurde ursprünglich - da man nur
 wenig Verwendung dafür hatte - größtenteils in den Hochdruckprozess zusammen mit
 dem Methanol und Äthanol zurückgeführt. Im Laufe des vergangenen Jahres konnten
 aber so viele Verwendungsmöglichkeiten gefunden werden (als Lösungsmittel direkt
 oder verestert, als Träger in der Parfümindustrie oder als Ausgangsprodukt für
 Synthesen über Propylaldehyd usw.), so daß er gegen Ende des Jahres restlos abge-
 setzt werden konnte.



Die Herstellung der über dem Amylalkohol siedenden Alkohole und Fraktionen erfolgte in periodischer Blasendestillation im Vakuum, da sich die höheren Alkohole bei normalem Druck nicht unzersetzt destillieren lassen. Für die über 250° siedenden Stoffe, z.B. für die Herstellung des zum Mattieren der Kunstseide dienenden Delta L 175 (Fr. 165-320°), wurde der hochsiedende Rest durch direkten Dampf abdestilliert. Zur Geruchsverbesserung und Entfernung saurer Bestandteile werden die über 140° siedenden Fraktionen unter Zusatz von Natronlauge destilliert, wodurch gleichzeitig eine Verharzung der begleitenden Aldehyde erreicht wird. Eine Hochdruckbehandlung mit Wasserstoff wurde in allen Fällen vorgeschaltet. Von diesen höhersiedenden Fraktionen hat neuerdings die HS-Fraktion (Fr. 145-163°) noch an Bedeutung gewonnen, die in Form ihrer Phtalsäure- und Phosphorsäureester gute Weichmacher liefert. Der Phtalsäureester wird in Ludwigshafen unter der Bezeichnung Palatinol HS in den Handel gebracht, während die Phosphorsäureveresterung in Bitterfeld durchgeführt wird.

Die die Alkohole als unerwünschte Verunreinigung begleitenden Ketone müssen bei der Reinherstellung der Alkohole abgetrennt oder zerstört werden. Von diesen Ketonen konnte das in einer Menge von 0,2 - 0,3% im Rohisobutylöl enthaltene Diisopropylketon (Isobutyron), Siedepunkt 123°, gesondert isoliert werden und fand ebenso wie der durch Hydrierung daraus entstehende sekundäre Isoheptylalkohol Verwendung als Lösungsmittel. Die Herstellung dieser beiden Körper geschieht auf folgende Weise:

Bei der Methanolabdestillation aus dem Rohisobutylöl wird zwischen Boden 30 und 45 der Kolonne ein wasserhaltiges Gemisch aus Methanol, Äthanol, Propylalkohol, Kohlenwasserstoffen und Ketonen entnommen. In einer Nebenkolonne wird das Gemisch vom Methanol befreit und trennt sich dann in 2 Schichten. Die obere Schicht wird in sich entwässert (siehe nachfolgendes Schema) und das wasserfreie Produkt zerlegt (periodisch oder kontinuierlich).



Die Fraktion 122 - 124° wird nun zur Gewinnung von Isobutyron einer milden Hochdruckwasserstoffbehandlung unterworfen, die die begleitenden Aldehyde reduzieren soll (reines Isobutyron darf mit Kupfer keine Verfärbung mehr geben), während das Keton erhalten bleibt. Meist wird aber ein mehr oder weniger großer Teil des Ketons mthydriert.

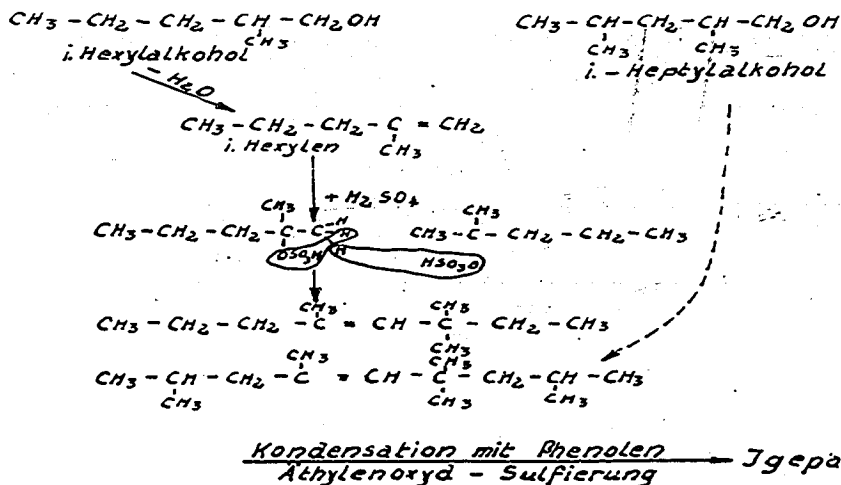
Dieser zweite Prozeß geht bei höheren Temperaturen praktisch vollkommen vor sich, wobei man dann den dem Keton entsprechenden sekundären Alkohol erhält (Diisopropylcarbinol). Eine nochmalige Destillation der jeweiligen Reaktionsprodukte ergibt die reinen Produkte Isobutyron und sek. Isoheptylalkohol.

III. Weiterverarbeitung von Alkoholen.

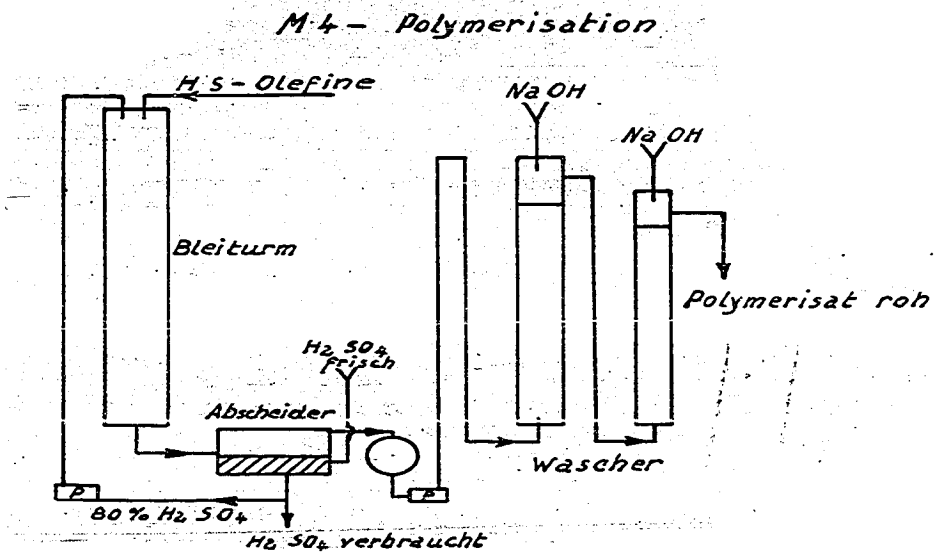
Das Gemisch aus *i*-Hexyl- und *i*-Heptylalkohol, die HS-Fraktion, hatte anfangs nur geringe Verwendungsmöglichkeit. Es wurde deshalb versucht, auf dem Wege einer Wasserabspaltung und Polymerisation zu C₁₂-C₁₄-Olefinen zu gelangen, die als Basis für Waschmittel gesucht waren. Die Wasserabspaltung erfolgt drucklos über einen Aluminiumoxydkontakt mit etwa 80% Umsatz. Durch Destillation erhält man daraus entweder die reinen Olefine, die entsprechend den schon im Ausgangsprodukt vorhandenen isomeren Alkoholen als Isomergemisch abgetrennt werden können (Isohexylen 58-65°, Isoheptylen 80-84°) oder eine Fraktion von 50-90°, die als Ausgangsprodukt für die Dimerisierung zu dem C₁₂-C₁₄-Olefin, dem H₄, führt (Siedebereich 180-240°). Die Polymerisation wurde von mir bereits im Versuchslaboratorium Dr. Herold ausgearbeitet und dann auf eine Apparatur von etwa 20-25 Moto M₄ übertragen. Die Polymerisation geschieht mit einer 80%igen Schwefelsäure bei 30-40° in einem mit Raschigringengefüllten Bleiturm, in dem Olefine und Säure zusammen von oben aufgegeben werden. Von dem Reaktionsgemisch wird dann die Säure wieder abgetrennt und läuft im Kreislauf, während das zu etwa 60-70% umgesetzte Olefin nach Waschung mit Lauge fraktioniert wird. Das nicht umgesetzte Olefin geht in die Polymerisationsapparatur zurück.

Der Reaktionsmechanismus verläuft etwa folgendermaßen:

Reaktionsmechanismus

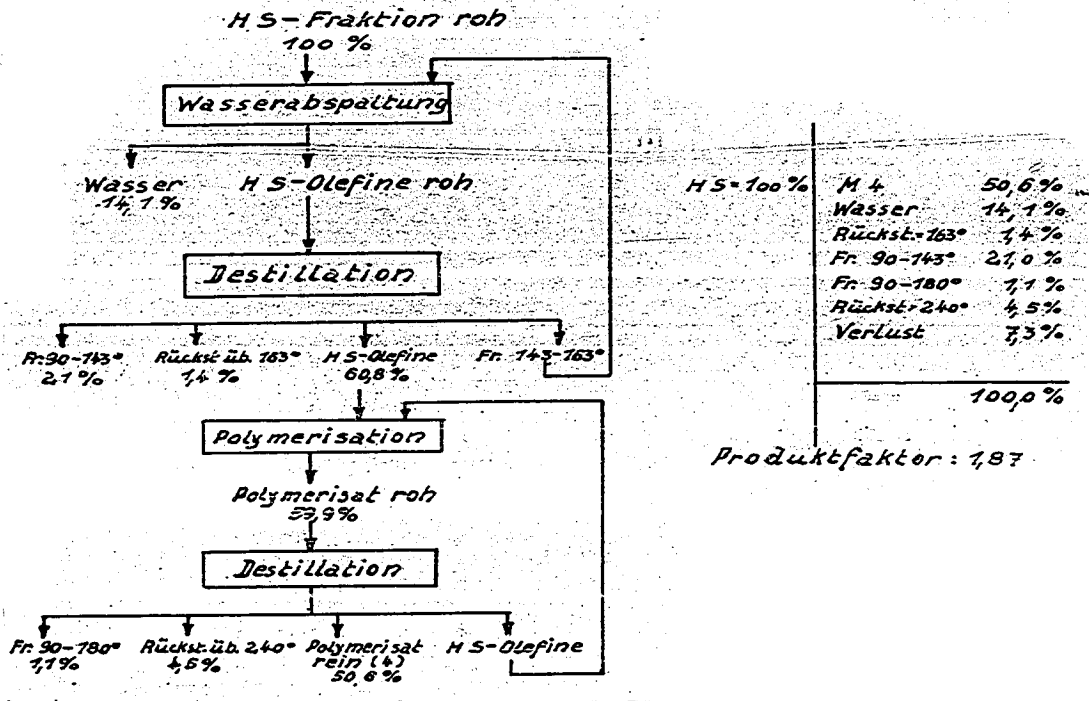


Die Arbeitsweise in der Polymerisationsapparatur gibt die folgende schematische Zeichnung wieder:



Die mengenmäßige Ansbeute über den Gesamtprozeß läßt sich aus der nachstehenden Zusammenstellung ersehen:

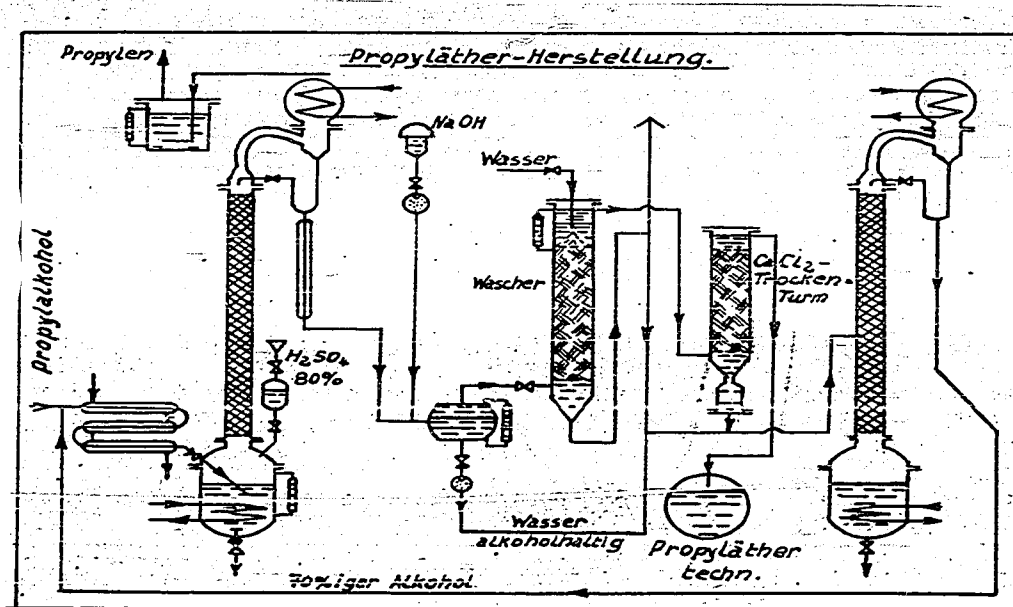
M₄ - Herstellung
bezogen auf 100 Teile H₅-Fraktion.



Der Bedarf an M₄ für die Igepale ist seit Ende des Jahres weiter im Ansteigen, so daß ein Umbau der Apparatur auf eine Leistungsfähigkeit von 30-40 Tons in Angriff genommen wurde.

Eine ähnliche Weiterverarbeitung durch Wasserentzug wurde beim Propylalkohol vorgenommen, nur mit dem Unterschied, daß hier der Wasserantritt zwischen zwei Molekülen erstrebt wurde, um so zu dem Propyläther zu gelangen, der wegen seines höheren Siedepunktes in vielen Fällen als Ersatz für den niedrigsiedenden Äthyl-

Äther erwünscht war. Die Versuchsarbeiten wurden von Dr. Laves durchgeführt und auch eine Apparatur von etwa 20 Moto -an eine vorhandene Blase und Kolonne angebaut- in Betrieb genommen. Der Entzug des Wassers geschieht ebenfalls mit 80% H_2SO_4 in einer verbleiten Blase bei einer Temperatur von 113-115°. Dabei entsteht ein geringer Prozentsatz an Propylen, während der Propyläther mit nicht umgesetztem Alkohol laufend abdestilliert wird. Das Rohprodukt fließt ebenfalls kontinuierlich zu. Durch Neutralisation, Waschung und Trocknung gelangt man zu einem technischen Propyläther, der durch nochmalige Fraktionierung die Qualität Propyläther rein ergibt. Der nicht umgesetzte Alkohol geht im Kreislauf. Die Verwendungsmöglichkeiten sind meist erst in Prüfung, so daß ein laufender Absatz erst im nächsten Jahr zu erwarten ist.



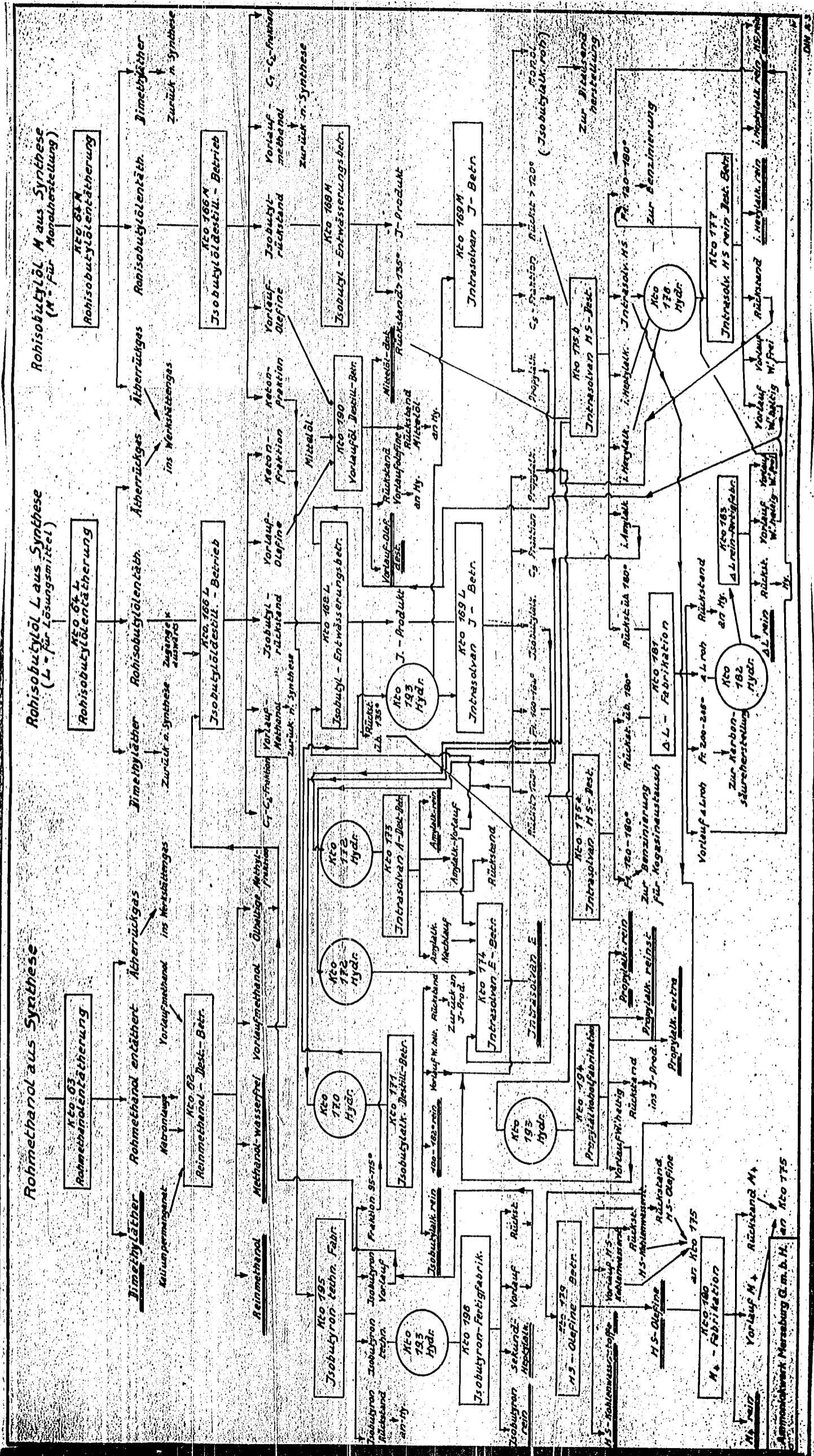
IV. Verarbeitung fremder Produkte.

Bei der in Leuna neu aufgenommenen Phenolhydrierung zum Cyclohexanol und der darauffolgenden Weiterverarbeitung zur Adipinsäure war zunächst keine Destillationsmöglichkeit für die Herstellung des neuen Hexanols aus dem durch Kohlenwasserstoffe und nicht hydrierten Phenol verunreinigten Rohhexanol vorhanden. Es wurde deshalb im Bau 53 die 10 cbm-Blase eingesetzt, die mit einer Monatsleistung von etwa 80 t durch Vacuumdestillation reines Cyclohexanol produzierte. Besondere Schwierigkeiten ergaben sich in der starken Kälteperiode, da infolge des hohen Stockpunktes (15-17°) häufiges Ankristallisieren eintrat. Zu Beginn des neuen Jahres wird die Zerlegung in einer inzwischen neu aufgestellten Destillationsapparatur durchgeführt werden.

In kleineren Mengen werden weiterhin eine Anzahl verschiedener Produkte, wie Mittelöl, Aldehyde usw. destilliert, die zu speziellen Zwecken zum Versand gelangten. Ebenso gelangten verschiedene Zwischenprodukte zur Anarbeitung.

V. Kontenmäßige Erfassung der Destillationsvorgänge.

Um die für eine Betriebskostenüberwachung nötigen Unterlagen zu erhalten, sind die hauptsächlichsten Destillationen mit ihren Zwischen- und Hauptprodukten in Konten zusammengefaßt, die sowohl nach Produkten, als auch nach dem Zweck der Endprodukte - um für bestimmte Körper eine geschlossene Abrechnungsunterlage zu besitzen - unterteilt sind. Durch die Vielzahl der Vor- und Zwischenprodukte ergeben sich dabei weitgehende Verknüpfungen. In der folgenden Aufstellung soll ein Überblick über diese kontenmäßige Erfassung gegeben werden:



VI. Zusammenfassung und Ausblick.

- 1) Die Herstellung von Treibstoffmethanol in zwei verschiedenen Fahrweisen je nach Qualität des Ausgangs-Rohmethanols wird beschrieben.
- 2) Treibstoffmethanol läßt sich auch aus Isobutylmethanol durch besondere Behandlung gewinnen.
- 3) Energieverbrauch und Kolonnenleistung werden bei der Entwässerung von Methanol-Wassergemischen mit steigendem Wassergehalt an Beispielen aufgezeigt.
- 4) Durch Wegfall der Alkoholbeimischung zum Benzin wird die Rohmethanoldestillationsanlage auf Gewinnung von Reinmethanol umgestellt. Die in Leuna entwickelte kontinuierliche Herstellungsweise wird beschrieben. Im Monat können 5000 t Reinmethanol hergestellt werden, bei vereinfachter Fahrweise (gutes Ausgangsprodukt und normale Reinmethanolqualität) bis zu 7500 t.
- 5) Die Entwicklung auf dem Isobutylölgebiet wird an Hand der Reinherstellung von Alkoholen und Gemischen, die hauptsächlich als Lösungsmittel Verwendung finden, dargelegt. Besonderen Auftrieb erfuhr der Absatz von Intrasolvan E, Propylalkohol und Intrasolvan HS.
- 6) Im Betrieb wird weitgehend der Übergang von der periodischen auf die kontinuierliche Destillation durchgeführt. Am Beispiel der Isobutylalkoholdestillation werden die Unterschiede in beiden Fahrweisen erläutert.
- 7) Für die Weiterverarbeitung der Alkohole werden Verfahren zur Gewinnung neuer Produkte entwickelt, wobei z.B. durch Wasserabspaltung aus dem Propylalkohol der Propyläther und aus dem Intrasolvan HS über die entsprechenden Olefine durch Polymerisation mit Schwefelsäure das M₄ (Ausgangsprodukt für Igepal) gewonnen wird.
- 8) Die rechnerische und betriebskostenmäßige Erfassung der einzelnen Destillationsvorgänge wird an Hand eines Kontenschemas, das auch die Verbindungen der Konten untereinander erkennen läßt, gezeigt.

Für das Jahr 1940 ist die Erweiterung der Anlage zur Mischpolymerisatherstellung (M₄) auf 30-40 Moto in Angriff genommen. Da hauptsächlich auch infolge des Krieges mit einem weiteren Ansteigen der Lösungsmittel zu rechnen ist, wird zur Schaffung einer Reserve für die Rohisobutylöldestillation Me 490, sowie zur Entlastung des Baues 33 im Süden des Werkes eine Neuanlage für die Reinmethanolherstellung errichtet werden. Die Kolonnen F und G können dann für die bis jetzt ohne Reserve fahrende Kolonne 3 Me 490 eingesetzt werden. Die entsprechenden

Leitungsverbindungen sind bereits vorhanden. Eine Erweiterung des Tanklagers sowie des Leitungssystems zur Einsparung von Kesselwagentransporten ist ebenfalls in Arbeit.

Das Reinmethanol soll in Zukunft in zwei Qualitäten hergestellt werden, da für die Formaldehydherstellung nach dem I.G.-Verfahren eine höhere Reinmethanolqualität sich in der Verbesserung der Ausbeute um mehrere Prozente auswirkt, während für das Hiag-Verfahren die Anforderungen an die Reinmethanolqualität viel weniger scharf sind.

Als Ergänzung zu den Betriebsversuchen über Fahrweise und Destillationsmethoden wurden im kleinen Maßstabe Versuche mit einem speziell angeordneten Siebbojen durchgeführt, die eine intensivere Bodenanstauschwirkung ohne Erhöhung des Bodenwiderstandes zum Ziele hatten. Eine Zusammenstellung dieser Versuche sei hier als Anhang angefügt.

W. Scher

A n h a n g .

Betr.: Siebboden mit rotierender Bodenflüssigkeit.

ausgehend von dem Gedanken, eine möglichst lange Berührungsdauer beim Stoffaustausch zwischen Gasen und Flüssigkeiten zu erhalten, ohne einen Anstieg des Druckverlustes in Kauf nehmen zu müssen, wurde ein Siebboden entwickelt, bei dem die Öffnungen für den Gas- bzw. Dampfaustritt senkrecht zur horizontalen Bodenfläche angeordnet und gleichsinnig auf konzentrischen Kreisen bzw. auf Spiralen ausgerichtet sind.

Bei dieser Anordnung gerät die auf dem Boden befindliche Flüssigkeit bei steigendem Gasdurchgang in eine immer rascher werdende Kreisbewegung, wobei die austretenden Gas- oder Dampfblasen nicht den kürzesten senkrechten Weg durch die Flüssigkeit nehmen, sondern in Richtung der Kreisbewegung einen entsprechend längeren Weg durchlaufen müssen (Zeichnung 1).

Die mit den bisher üblichen Siebböden -Bleche mit Löchern von verschiedener Größe und Abstand- ausgestatteten Kolonnen haben sich nur wenig eingeführt, da sie eine Reihe von Nachteilen zeigen, die ihre Verwendung zumindest nur in einem beschränkten Maße zulassen. Der Siebboden wird meist so ausgebildet, daß die Flüssigkeitshöhe auf dem Boden durch einen Staurand festgelegt wird, oder in Form des sogenannten Zerstäubungssiebbodens, wobei die Flüssigkeit ohne Stauung in einem dünnen Film über den Boden läuft und dabei in feine Tröpfchen zerstäubt wird. Der Boden mit Flüssigkeitsstau ist in der Wirkung günstiger.

Die für den Siebboden im allgemeinen gefundenen Nachteile sind besondere Empfindlichkeit bei Belastungsschwankungen - Unterbelastung verursacht ein teilweises oder ganzes Leerlaufen des Bodens, Überbelastung führt leicht zu starken Stauungen in der Kolonne - , ferner starkes Spritzen der Flüssigkeit bei hohem Gasdurchgang und nicht genügende Durchmischung auf dem Boden durch Ausbildung bestimmter Strömungsrichtungen. Sehr ungünstig wirkt sich auch ein nicht genaues Liegen des Bodens in der horizontalen Ebene aus -besonders bei großem Durchmesser-, wobei meist ein unregelmäßiges Arbeiten des Bodens und eine Verstärkung der obigen Mängel eintritt.

Diese Nachteile werden fast restlos behoben bei der oben beschriebenen Anordnung der Gas- oder Dampfaustrittsöffnungen senkrecht zur Bodenfläche und gleichsinnig auf konzentrischen Kreisen oder Spiralen. Der Boden erhält dadurch etwa die Oberfläche und das Aussehen eines Reibeisens, wobei sich diese Öffnungen sehr leicht

mit einem Stempel herstellen lassen. Eine zu einer Geraden aufgerollte Kreislinie hätte dabei ungefähr das Aussehen der Zeichnung 2.

Prinzipiell würde sich für die Herstellung des Bodens -gedacht ist dabei auch an besondere Korrosionsbeständigkeit- jedes pressbare Material eignen.

Für die Durchführung der Versuche wurde ein einfacher Apparat gebaut (Zeichnung 3), der es gestattet, die Wirkungsweise solcher Siebböden bei Verhältnissen, wie sie auf eine Destillations- oder Waschkolonne übertragbar sind, zu beobachten.

Die Flüssigkeit wird in der Mitte des Bodens aufgegeben und wandert senkrecht zu der Kreisbewegung bis zum Überlauf am Staurand. Von einem Abfluß des Ringraumes am Staurand müßte sie wieder auf die Mitte des nächstens Bodens geführt werden. Es würde dies einer durchaus gleichsinnigen Rücklauführung entsprechen.

Es zeigte sich, daß schon bei geringer Gasbelastung der Boden gut und vollkommen gleichmäßig arbeitet. Die einzelnen Gasblasen sind klein und vollkommen regelmäßig über dem Boden verteilt. Durch kleine Korkstückchen kann bei geringen Gasdurchgängen die Bewegung der Flüssigkeit beobachtet werden, während bei der Steigerung der Gasmenge ein auch mit dem bloßen Auge deutlich sichtbares Rotieren der Flüssigkeit beginnt. Die Gasblasen werden dabei etwas größer. Eine geringe Schiefstellung des Bodens ist ohne Einfluss auf das gleichmäßige Arbeiten. Beim Wegnehmen der Luft läuft der Boden nicht sofort leer, da an den senkrecht angeordneten Schlitzsen die Luftblasen scheinbar besser haften. Feste Teilchen, wie z.B. eine Aufschlammung von Klak oder Bariumsulfat, werden in sehr kurzer Zeit in den Ringraum jenseits des Staurandes befördert, da die lebhaft rotierende Flüssigkeit und das Fehlen von toten Räumen ein Absitzen verhindert. In dem im Anhang zusammengestellten Kurven wird eine Übersicht über den Verlauf des Druckverlustes bei steigendem Gasdurchgang für verschiedene Siebböden gegeben. Die Böden unterscheiden sich durch die Zahl und Größe der Schlitzse. Boden 5 und 6 stellen normale Siebböden mit einfachen Lochbohrungen dar. Bei Boden 6 gelang es nicht, ein gleichmäßiges Arbeiten der Flüssigkeit zu erreichen. Einzelne Gebiete hatten sehr lebhaften Gasdurchgang, während andere vollkommen ausgeschaltet blieben. Diese Stellen mit lebhaftem oder geringem Gasdurchgang waren nicht auf bestimmte Teile des Bodens beschränkt, sondern traten ganz unregelmäßig auf.

Sämtlichen Kurven gemeinsam ist ein Abfallen des Druckverlustes von einem anfangs durch die Höhe des Staurandes gegebenen Wert auf ein Minimum, und dann erfolgt langsames Ansteigen des Druckes ungefähr parallel der Druckkurve des Bodens ohne Flüssigkeitsbelastung. Dieses Absinken des Druckes ist wohl durch die infolge der Durchsetzung der Flüssigkeit mit den Gasblasen bedingten geringeren Dichte verursacht. Bei Verwendung eines Staurandes von 63 mm ist am Anfang der Druck gegen-

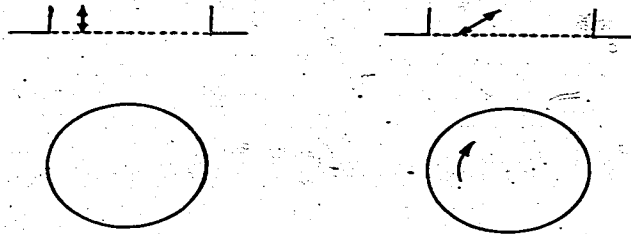
Über dem 40 mm-Staurand um ein bedeutendes höher, nähert sich aber dann weitgehend den entsprechenden Werten des niedrigeren Randes. Interessant ist die Druckkurve bei dem mit besonders kleinen Löchern versehenen Boden 3. Hier überschneidet die Druckkurve des höheren Staurandes (63 mm) bei etwa $50 \text{ m}^3/\text{h}$ Gasdurchgang sämtliche Kurven des 40 mm-Staurandes und nähert sich sehr stark der Kurve ohne Flüssigkeitsbelastung. Eine Erklärung ließe sich vielleicht dadurch finden, wenn man annimmt, daß durch die rotierende Flüssigkeit eine Art Sauge Wirkung an den Schlitzten eintritt, die den Druckverlust des Bodens vermindert. Bei hohen Gasdurchsätzen treten an den Böden auch die Zentrifugalkräfte stark in Erscheinung, die die durch die Aufgabe der Flüssigkeit von innen nach außen gegebene Strömung noch verstärken und so ein teilweises Leerblasen der Böden verursachen. Dieser Zustand tritt meistens ^{erst} bei einer Geschwindigkeit von $0,3 \text{ m/sec.}$ ein, ist aber weitgehend abhängig von der Schlitzgröße bzw. -zahl. Die günstigsten Dampfgeschwindigkeiten werden ebenfalls wie bei der Glockenbodenkolonne um $0,15-0,25 \text{ m/sec.}$ liegen. Daß eine zu große Zahl von Schlitzten bzw. zu große Einzelschlitze bei niedrigem Gasdurchgang sich ungünstig auswirken, war an dem Boden 2 zu erkennen, der erst von $0,2 \text{ m/sec.}$ Gasgeschwindigkeit ab gleichmäßig arbeitete. Die ungefähre Größe der Einzelschlitze der Böden wurde an Hand einer Kurve bestimmt, in der der Druckverlust des leeren Bodens bei $80 \text{ m}^3/\text{h}$ Gasdurchgang der durch die Summe der Löcher gegebenen freien Fläche gegenüber gestellt ist. Zur Eichung dienten die Druckverluste der mit Lochbohrung versehenen Böden (Fläche aus Anzahl der Löcher mit bekannter Bohrung direkt errechenbar).

Um der Zentrifugalkraft entgegenzuwirken, wurden bei Boden 7 und 8 die Achsen der Gasaustrittsöffnungen um 15° bzw. 25° zur Tangente nach innen geneigt. Auch ein Einbau von Leitblechen könnte die Auswirkungen der Zentrifugalkraft herabmindern.

Eine Anmeldung dieses neuen Siebbodens mit Rotationswirkung wurde nicht vorgenommen, da es sich herausstellte, daß bereits von der Fa. Golsern, Grimma, ein Patentschutz für einen solchen Boden angemeldet war (I.G.-Nr. 3463 1939).

Zur weiteren Untersuchung der Wirkungsweise solcher Siebböden wird in Leuna (Aldehydfabrikation) eine Versuchskolonne gebaut werden, die die Möglichkeit eines Vergleichs gegenüber der Glockenbodenkolonne oder der Raschig-Kolonne erlauben wird.

Zehng. 1



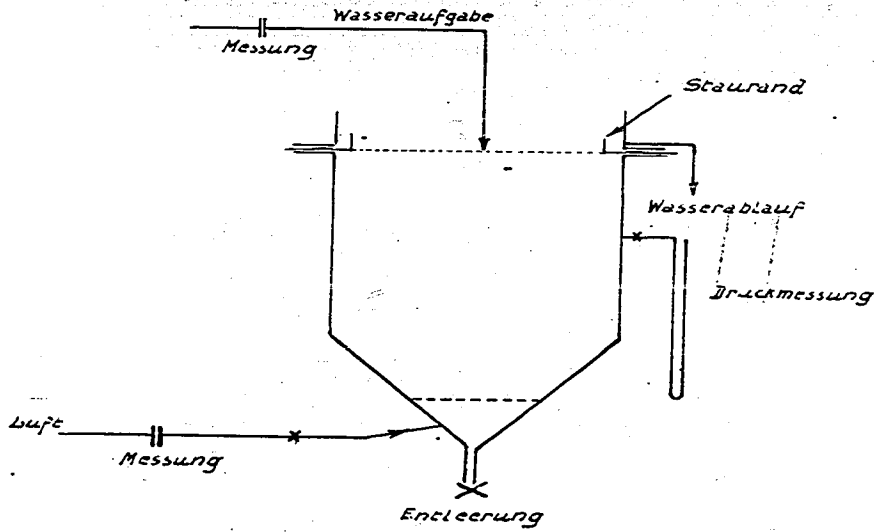
Normaler Lochsiebboden

Rotationssiebboden

Zehng. 2



Zehng. 3



Siebböden mit Rotationswirkung der Bodenflüssigkeit.

Ammoniakwerk Merseburg G. m. b. H.

2/1027

DIN-Format A 4

15. 10. 40 H. S. 12

Einzelstück
1/10m Blech 378 Göttinger Messing 20% 20 500g
Sicherheitsmaß 100 mm
Richtmaß 100 mm

Einzelstück 100 mm

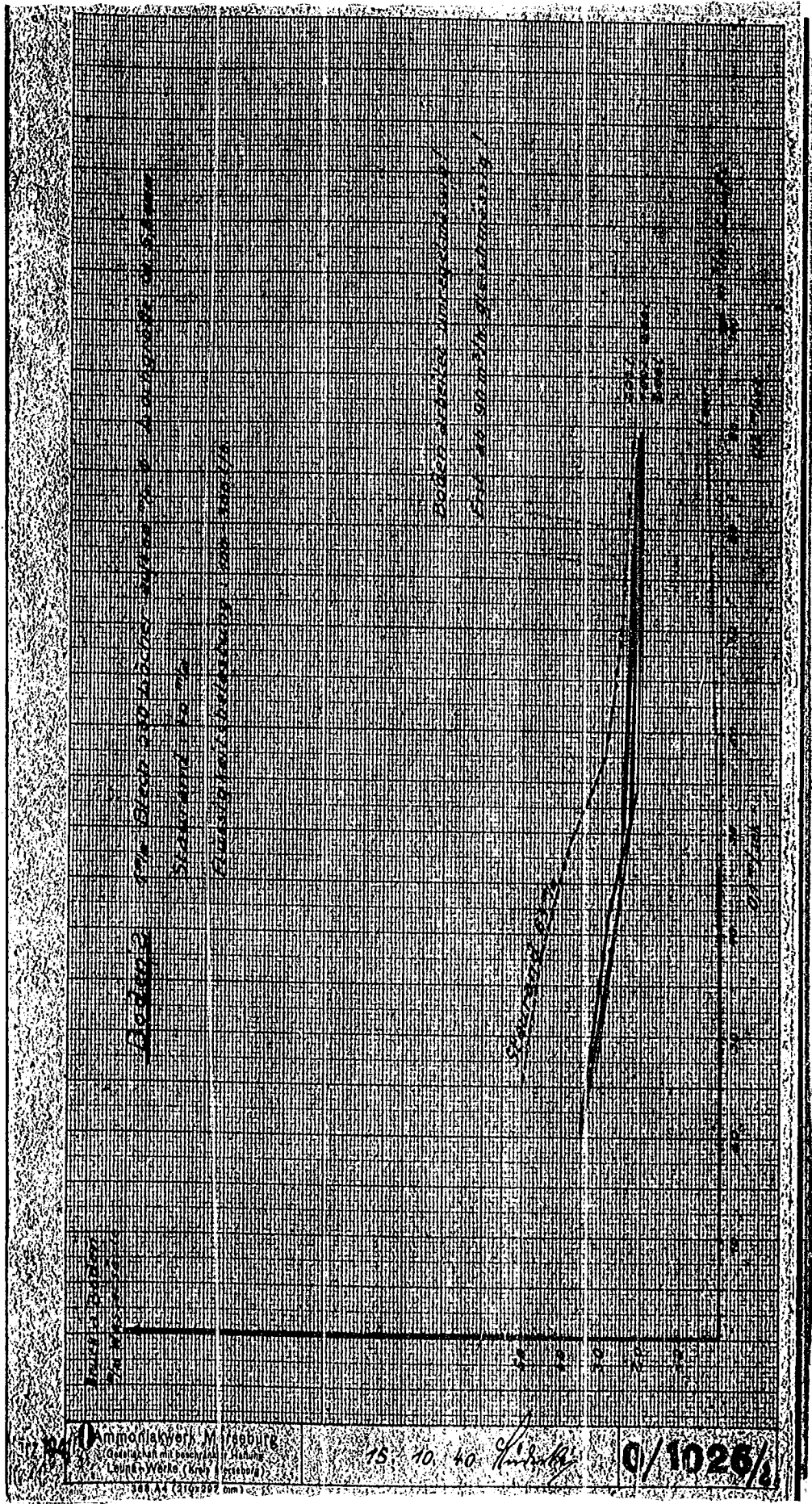
Einzelstück 100 mm

Einzelstück
100 mm

Ammoniakwerk Mersoburg
Gesellschaft mit beschränkter Haftung
Lehr- u. Werkz. (König Mersoburg)
- 888 A4 (210x297 mm)

15. 10. 40 *H. H. H.*

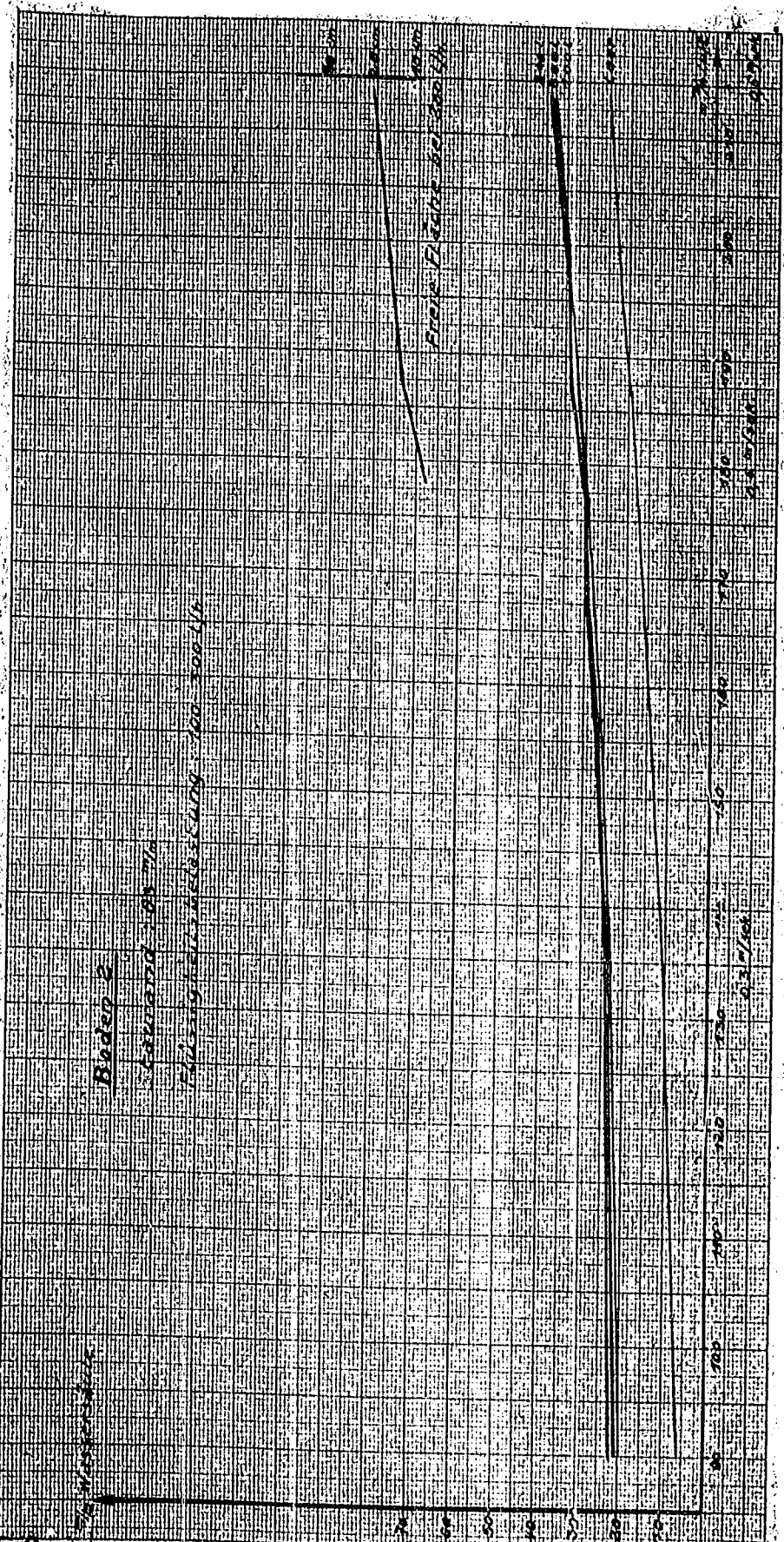
0/1026/1



Ammorlaxyeri, M. 1931
 Genigant mit dem
 (Lorenz) (1931) (Lorenz)

15.10.40 *Kirchh.*

0/1026/2

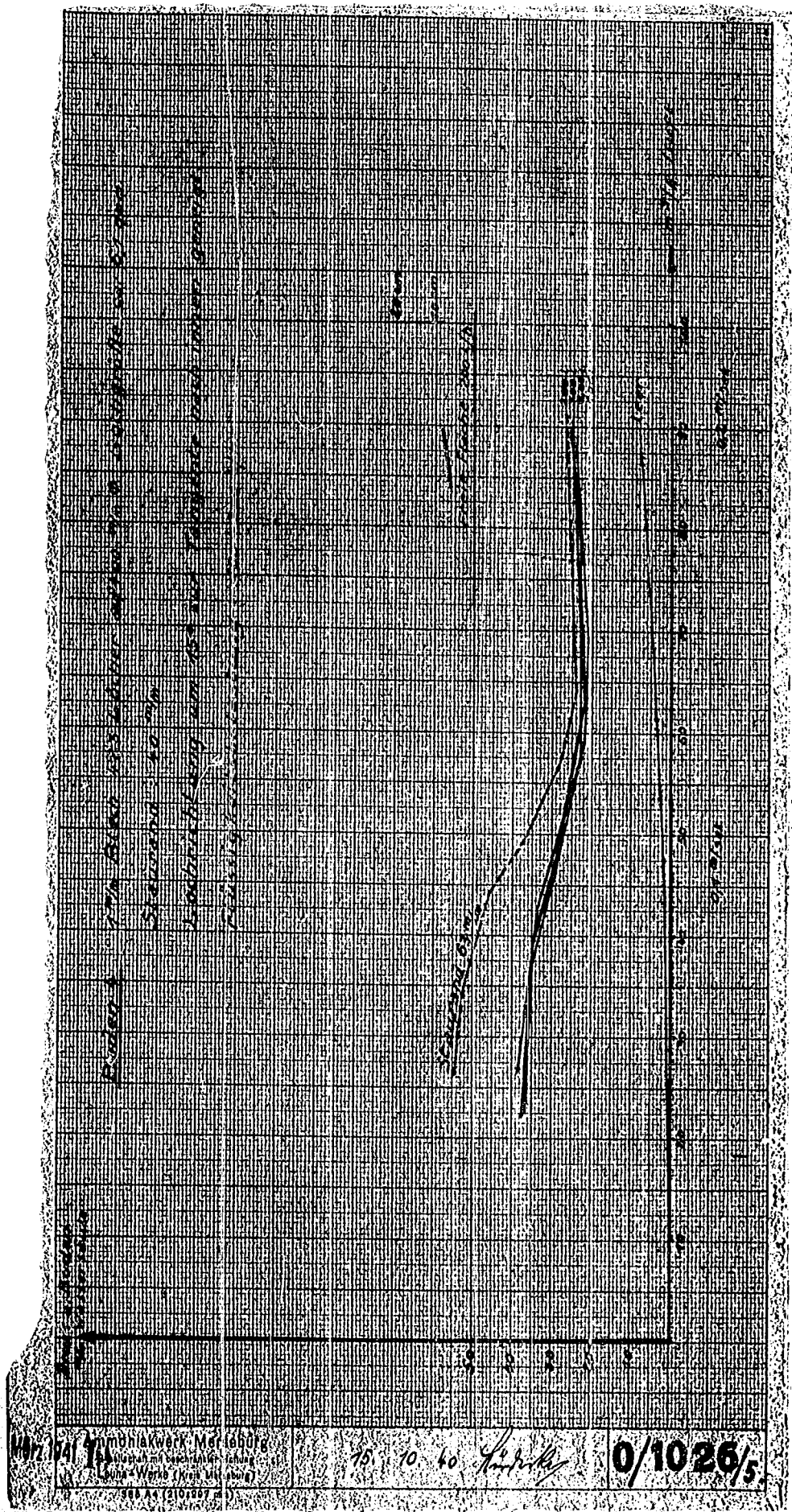


Ammoniakwerk Merseburg
 Gesellschaft mit beschränkter Haftung
 Leuna-Werke (10116 Merseburg)

15. 10. 40. *Kindler*

0/1026/3

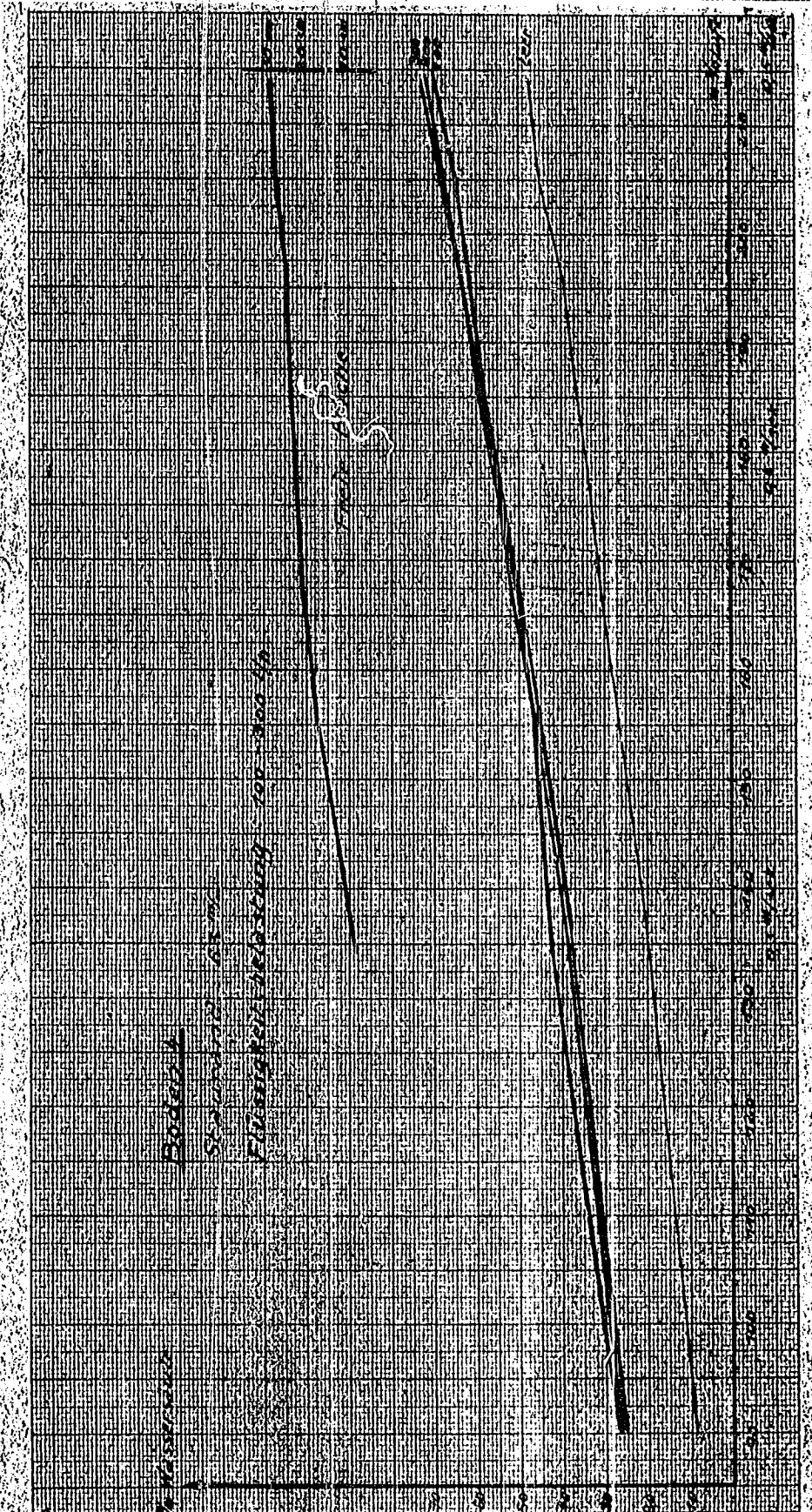
388-A4 (210x297 mm)



10
 20
 30
 40

0/1026/5

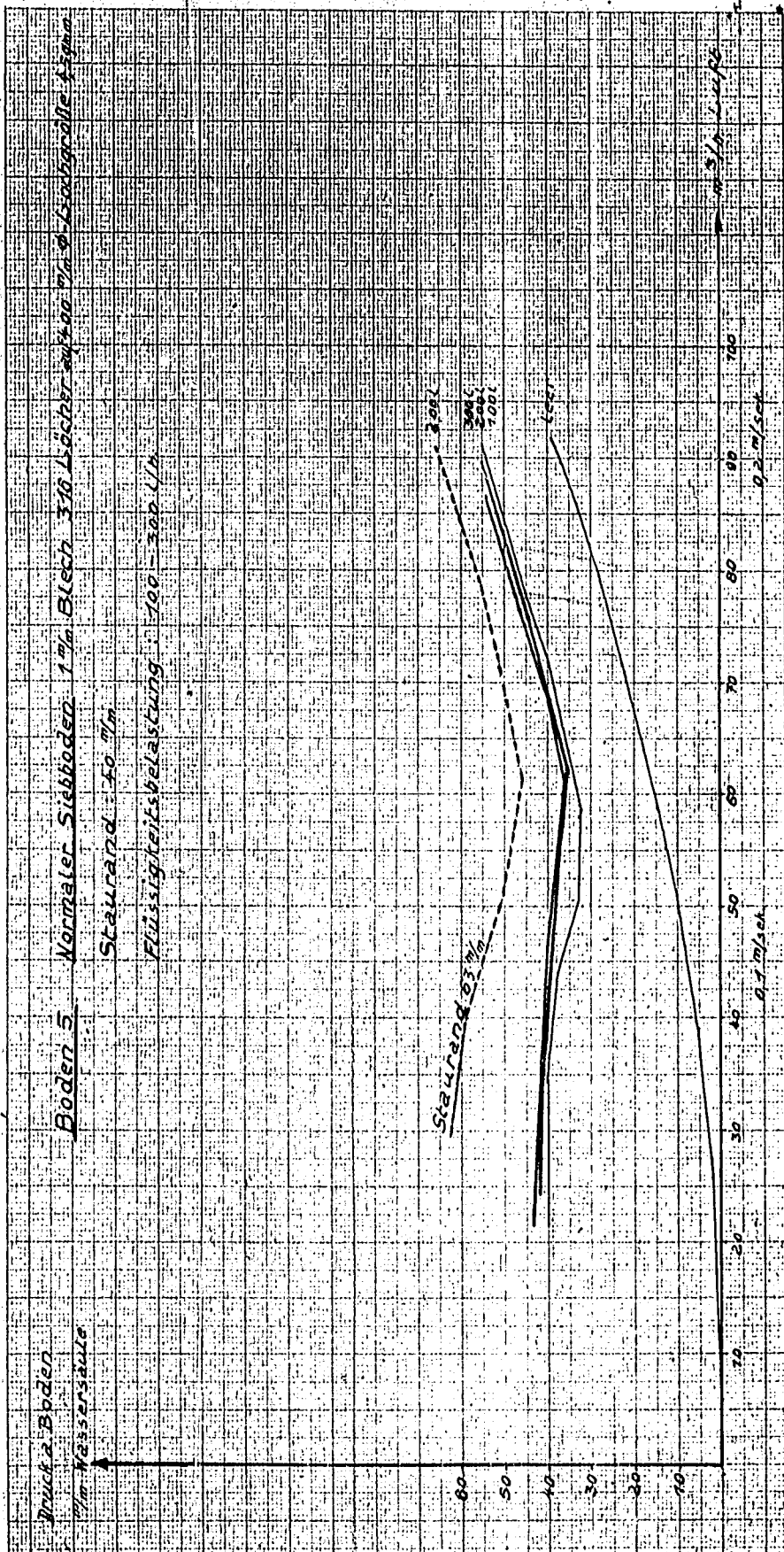
10
 20
 30
 40



104
 Ammoniakwerk, Merseburg
 Gezeichnet mit beschränkter Haftung
 Leuna-Werke (Karl Merseburg)
 388-A4 (10/1997 mg)

15. 10. 40. *Handwritten signature*

0/1026/6

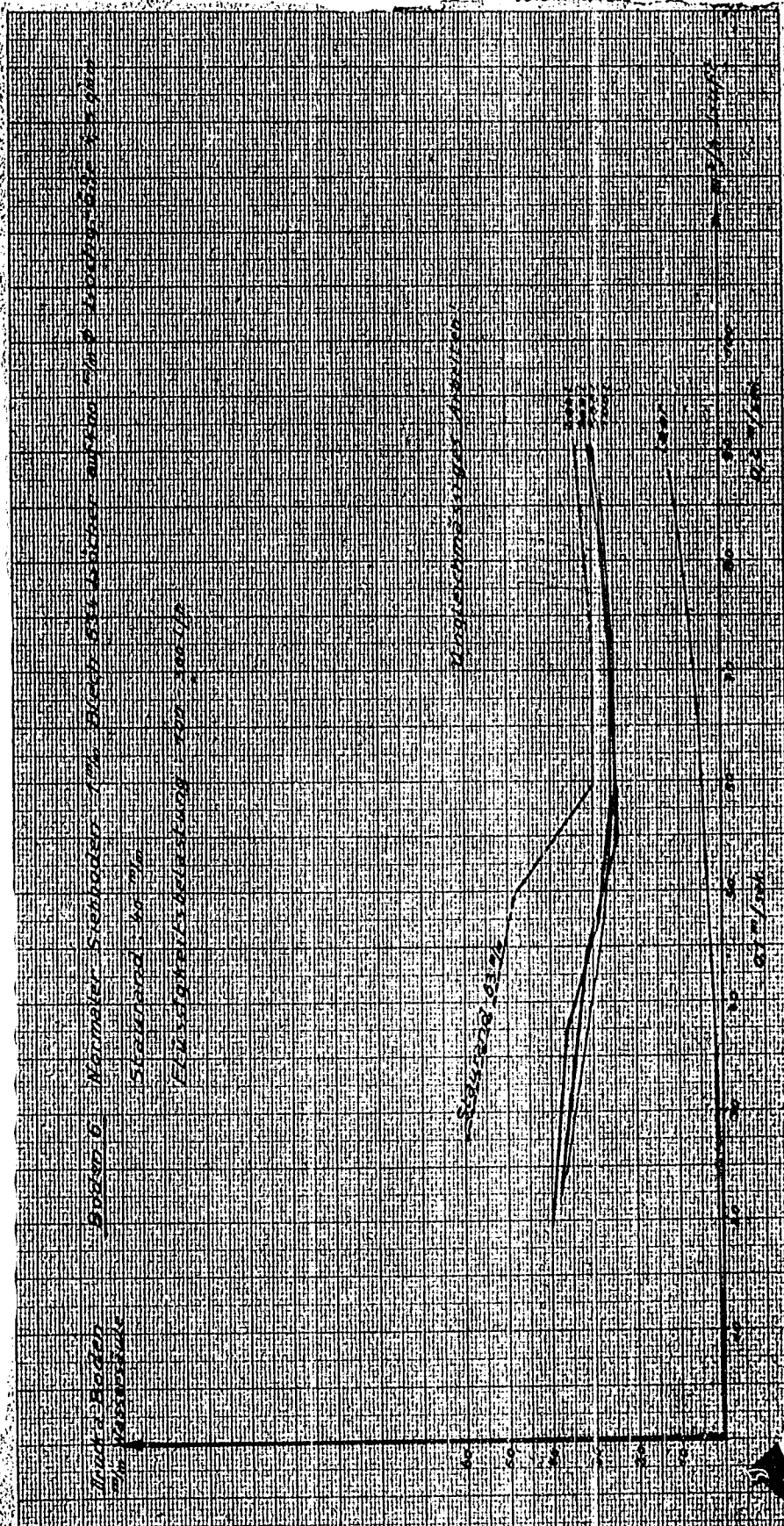


872/197

Ammoniakwerk Morseburg
Gesellschaft mit beschränkter Haftung
Leuna-Werke (Kreis Meißen)

15. 10. 40 Kinnick

0/1026/7



Trichterboden
 im Wasserfall
 60m
 40m
 30m
 20m
 10m
 0

Stützweite 40 m

Füllstoffverbleibhöhe von 300 cm

124

Ammoniakwerk Merseburg
 Gesellschaft mit beschränkter Haftung
 Leuna-Weiß (Kreis Merseburg)

15. 10. 40 Lindner

0/1026/8

888 A4 (210x297 mm)

Boden I 11% Bleib 378 Lösser 1500 7/8 6 Lochgröße ca. 500 mm
 Staunand 40 7/8
 Lochrichtung um 150 zur Trichter nach innen geneigt
 Flüssigkeitsbelastung: 100 - 300 kPa

5000
 10000
 20000
 Flächenspannung

Staunand 0,5 7/8
 1000
 2000
 3000

1000
 2000
 3000
 4000
 5000
 6000
 7000
 8000
 9000
 10000
 11000
 12000
 13000
 14000
 15000
 16000
 17000
 18000
 19000
 20000

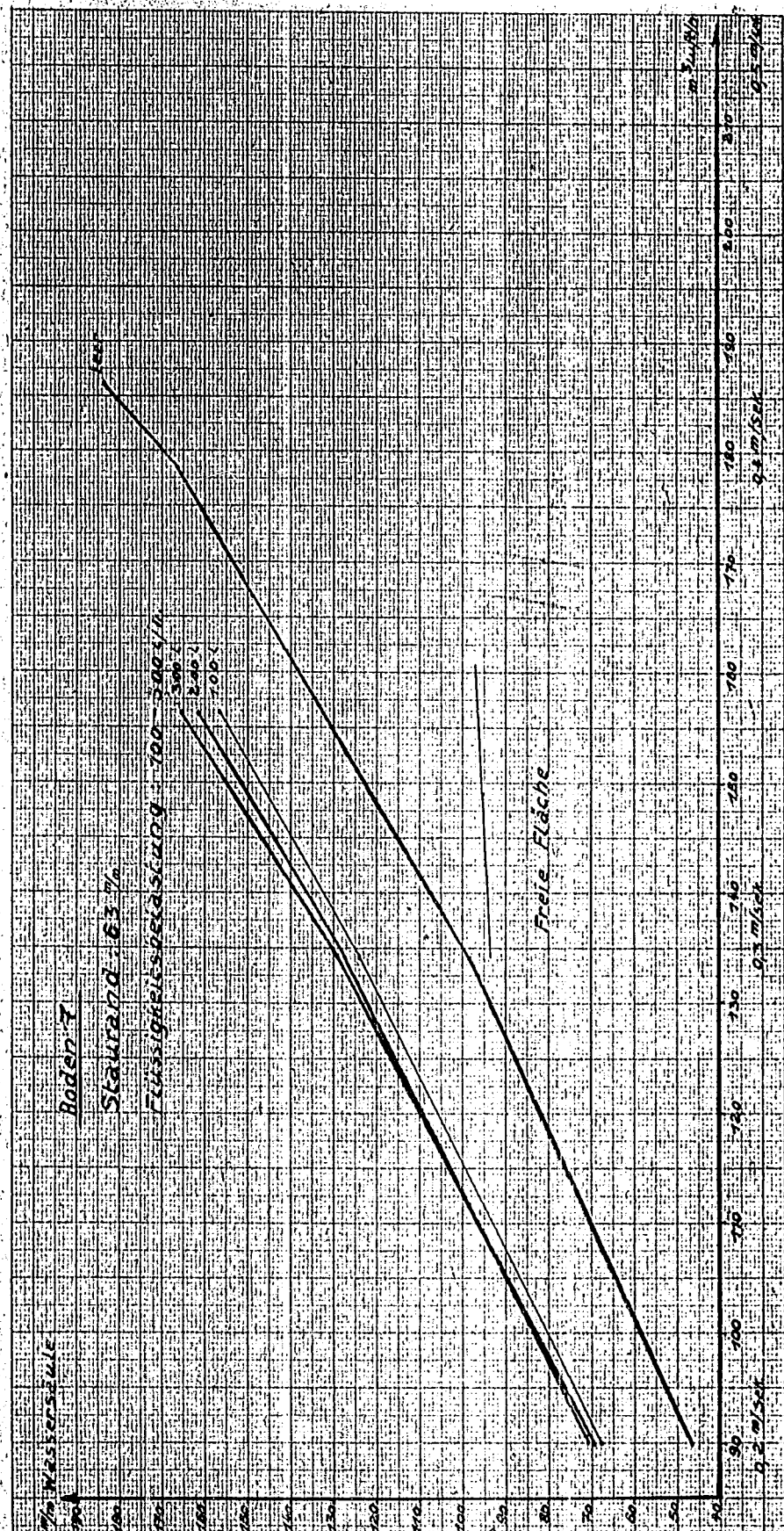
Grundwasser
 im Wasser

AMONIAWEG Merseburg
 Gesellschaft mit beschränkter Haftung
 Leuna-Wald 1/1a, Merseburg

15. 10. 40 *Handwritten signature*

0/1026/10

988/AA (210x297 mm)



März 1941 Ammoniakwerk Merseburg
 Leuna-Werke (Leuna-Merseburg)

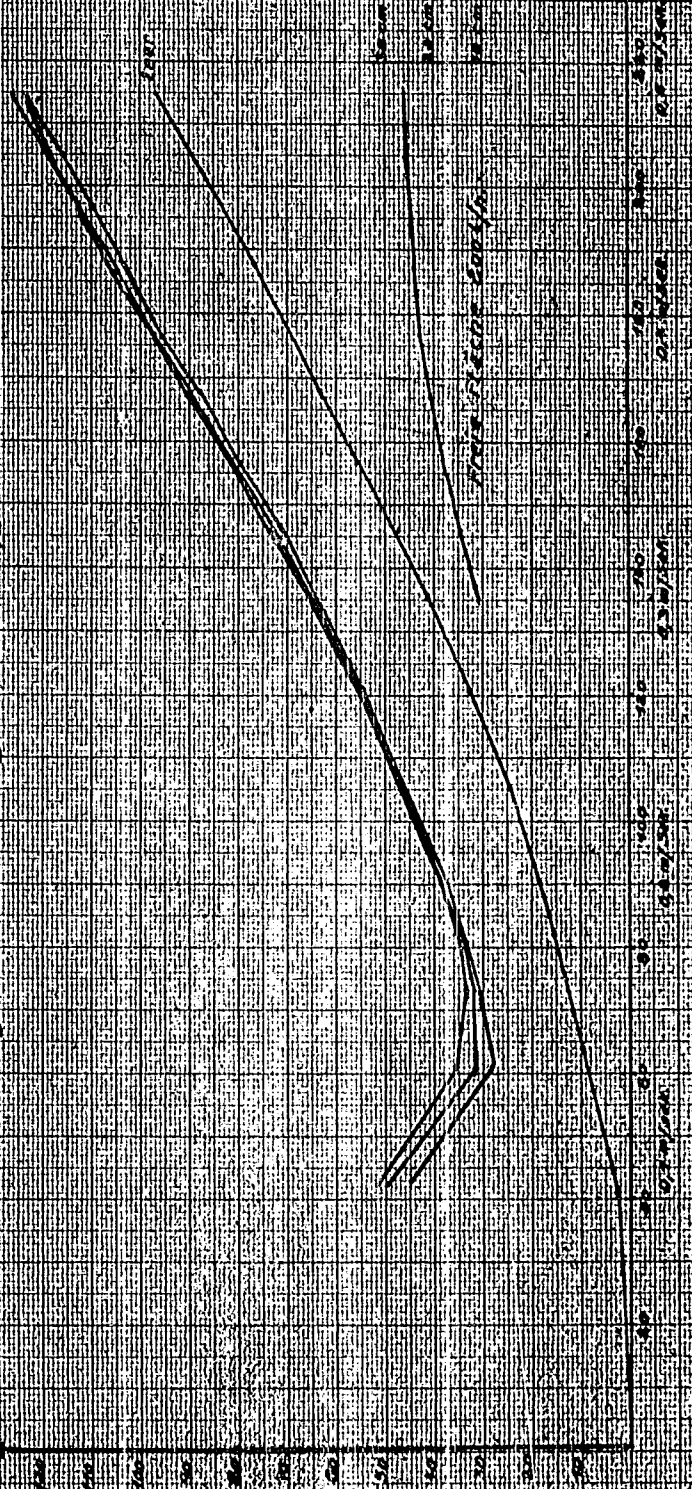
15. 10. 40. *Leuna*

0/1026/9

388 A4 (2) 01227 (10)

Bild 8 1% Bleich 368 Löbner 2000% & Leuchtstoffe ca 5%
 Stanzend 65% Bleichschicht um 25% mit Farbstoffe nach innen
 Flüssigkeitsbelastung 100-300%

Wassersäule

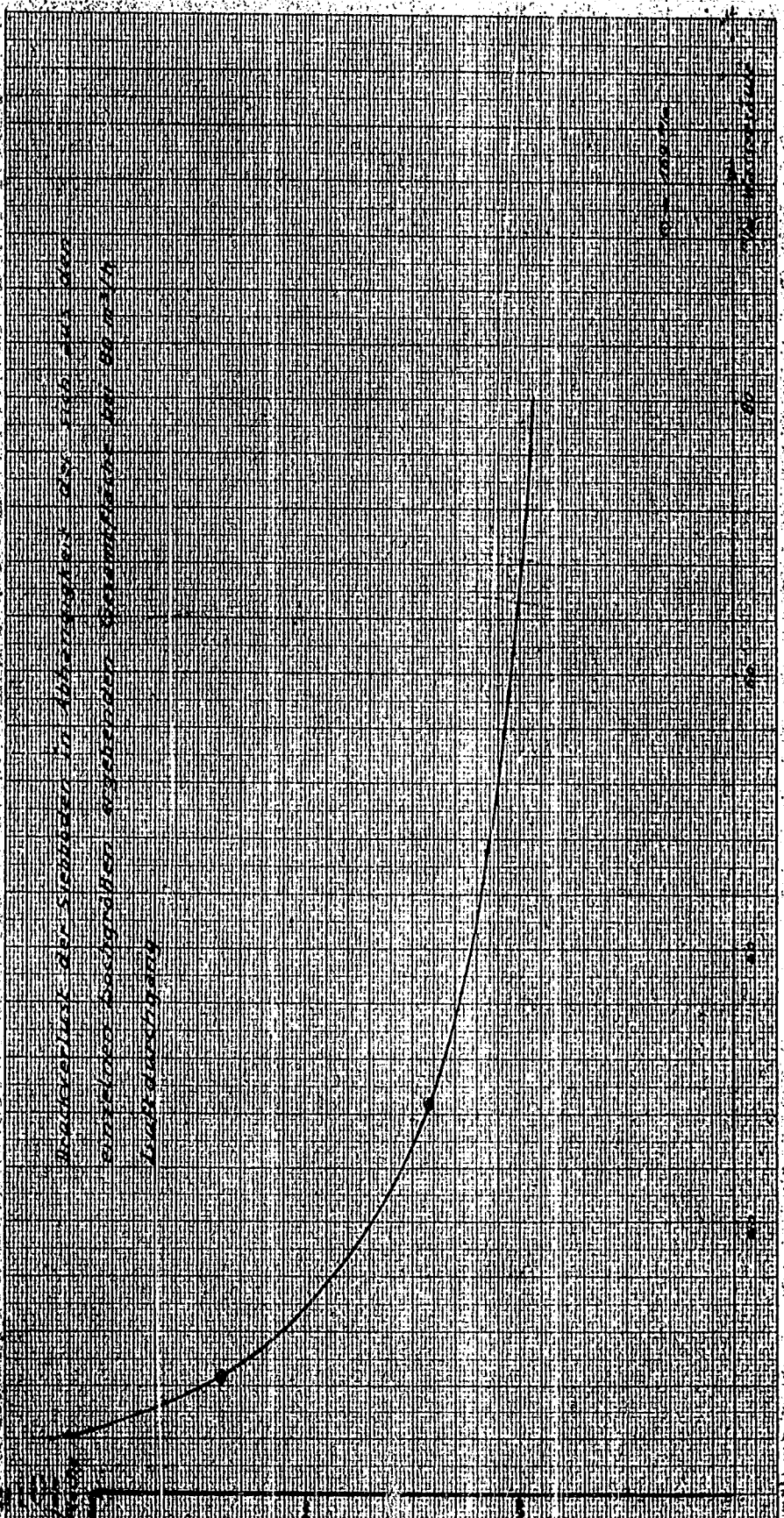


41 Anhaltwerk Merseburg
 Gesellschaft mit beschränkter Haftung
 Leuna-Weiß (König Leuna)

10.10.60 Kuntzky

0/1026/H

Wachstumskurve der Sprossachsen
von *Pinus sylvestris* L. im
Jahre 1910



Ammoniakwerk Merseburg
Geleitstr. 10, Merseburg
Leipzig-Witzke (Post-Merseburg)

15. 10. 10. *Handwritten signature*

0/1026/12