

## Aktennotiz

über die Besprechung mit  
Herrn Dr. Dietrich von der Monopolverwaltung für  
Branntwein am 17.12.43 in Berlin.

in Berlin am 17.12. 1943

Anwesend:

Dr. Dietrich, Monopolverw.  
Dr. Weingärtner, Brabag  
Dr. Velde

Verfasser:

Dr. Velde

Durchdruck an:

Prof. Dr. Martin  
Dir. Dr. Hagemann  
Dir. Waibel  
Dr. Schuff  
Dr. Feist  
Herr Maier

Zeichen:

Datum:

Betr.-L. V/P

28.12.1943

### Betrifft:

Ich teilte Herrn Dr. Dietrich kurz unsere Ergebnisse mit und übergab ihm eine Probe des von mir aus dem Kondensat der Druckkondensation und dem A.-Kohle-Kondensat durch weitgehende Konzentration hergestellten zirka 75 %igen Alkohols. Er läßt in seinem Laboratorium die Probe entwässern und eine fraktionierte Destillation durchführen. Bezüglich der Laboratoriumsentwässerung machte mir Herr Dr. Dietrich noch folgende Angaben: Durch Destillation allein läßt sich nur eine Anreicherung der alkoholischen Bestandteile bis auf 75 % erzielen. Zur Herausnahme des restlichen Wassers versetzt man die Alkohollösung mit Kaliumcarbonat, wodurch die Hauptmenge des Wassers gebunden wird. Die Menge an Kaliumcarbonat beträgt etwa 100 - 150 g für 500 cm<sup>3</sup> 75 %ige Lösung. Bei der Destillation erhält man etwa 95 %igen Alkohol und entfernt den Rest des Wassers durch Destillation über Kalk.

Die Monopolverwaltung beabsichtigt, aus dem Alkoholgemisch Methanol und Athanol herauszunehmen, wofür alle bis 80° siedenden Anteile an sie abgeliefert werden sollen. Die wesentlichsten Bestandteile der niedrig siedenden Fraktion sind Methanol, Athanol, Aceton und Acet-Aldehyd. Acet-Aldehyd wird nach einem Verfahren der Monopolverwaltung bestimmt, Aceton nach Messinger, Methanol kolorimetrisch mit Fuchsin-schwefliger Säure, sodaß sich Athanol aus dem Rest ergibt. Bei dieser Gelegenheit zeigte mir Herr Dr. Dietrich auch noch Siedekurven wasserfreier Alkohole, die bei Hoesch gewonnen waren. Dabei zeigte sich aber, daß die Zahlen außerordentlich schwankten. Während bei den ersten Proben 40 % Methanol, 15 % Athanol, 20 % Pentanol, 40 % Butanol und der Rest höhere Alkohole, Aldehyde und Ketone waren, ergaben neuere Proben bis zu 50 % Methanol und Athanol und dann die höheren Alkohole in abnehmenden Mengen. Da nicht anzunehmen ist, daß bei der Synthese derartig grundsätzliche Schwankungen in der Zusammensetzung des Alkoholgemisch auftreten

b.w.

2910  
können, scheint mir, daß die Art der Probenahme noch nicht einwandfrei gelöst ist, sodaß diese Differenzen auftreten.

Während bei der Drucksynthese bekanntlich die Alkoholkonzentration im Kondensat zirka 0,5 - 0,8 % und im A.-Kohle-Kondensat 0,2 - 0,5 % beträgt, liegen die entsprechenden Zahlen für die Normaldrucksynthese wesentlich ungünstiger, z. B. bei dem A.-Kohle-Kondensat bei 0,1 % und darunter. Da sich die Aufarbeitung durch Destillation erst oberhalb einer Alkoholkonzentration von 0,2 - 0,3 % lohnt, müßte man bei der Normaldrucksynthese zuerst eine Voranreicherung versuchen. Die Brabag arbeitet, wie Herr Dr. Weingärtner mitteilte, schon längere Zeit an diesem Problem und hat auch schon beachtliche Erfolge erzielt. Sie hat sich von dem Gedanken leiten lassen, daß man den Alkohol in dem A.-Kohle-Kondensat anreichern kann, wenn man es möglich macht, nur beispielsweise die ersten 10 bis 20 % übersudestillieren, da in diesen Anteilen die Hauptmenge der Alkohole enthalten sein muß. Um das zu erreichen, wurde die Dämpfe-Kolonne, die früher zur Abtrennung von Schwebbenzin benutzt wurde, wieder in Betrieb genommen und nicht als reine Abtriebskolonne benutzt, sondern am Kopf mit Benzin allein, mit Wasser allein oder mit Benzin und Wasser als Rückfluß beriebelt, wobei das Umlaufbenzin und -Wasser aus dem Scheidebehälter hinter der Kondensation entnommen wurden. Damit konnte eine wesentliche Verringerung des stündlich als Kondensat anfallenden Wassers erreicht werden, das aber praktisch die Gesamtmenge der Alkohole enthielt, während das im Sumpf verbliebende Wasser alkoholfrei war; es enthielt weniger als 0,01 %, während das Kondensatwasser bereits auf 0,5 % gebracht werden konnte und eine Erhöhung auf 1 % angestrebt wird.

Auch zur Gewinnung der Alkohole aus dem Kondensat sind Wege gefunden worden und zwar ist beabsichtigt, das aus dem Scheidebehälter mit etwa 70° abfließende Wasser durch Anlegen eines leichten Vakuums zu belüften und damit die niedrig siedenden Anteile abzutreiben, die die Hauptmenge der Alkohole enthalten. Das Verfahren ist im Gegensatz zur Konzentration des A.-Kohle-Kondensat noch nicht im Großen erprobt, soll aber zu einer Alkohol-Konzentration von wenigstens 0,5 - 1 % führen. Es ist im Übrigen, wie mir Herr Dr. Weingärtner mitteilte, bereits zum Patent angemeldet. Die Brabag scheint an der ganzen Angelegenheit außerordentlich interessiert zu sein und sieht offenbar in dieser Alkoholgewinnung eine Art Pioniertätigkeit und Vorarbeit für spätere Alkoholsynthese. Man hat sich auch schon die entwässerten Alkohole etwas genauer angesehen, ist aber noch nicht zu einer restlosen Aufklärung der Zusammensetzung gekommen. Allerdings wurden einige seltsame Beobachtungen gemacht und unter anderem hat man in einer Fraktion deutlich wahrnehmbar Benzaldehyd-Geruch (!) festgestellt.

Herr Dr. Dietrich wird sich bemühen, für die Brabag und für uns entsprechend dimensionierte Fraktionier-Kolonnen aufzutreiben. Die Monopolverwaltung hat keine mehr, dagegen liegen in Breslau 3 Kolonnen von 1 - 2 m Durchmesser, die evtl. in Frage kämen. Sie stammen aus russischen Anlagen und gehören der Generaldirektion der Monopole des Generalkommissariats Ostland. Die Monopolverwaltung versucht zur Zeit über Herrn Dr. Sorg vom Reichsamt in den direkten Besitz dieser 3 Kolonnen zu kommen. Es wäre hier erwünscht, wenn wir sie vielleicht unterstützen können. Wir werden aber in dieser Angelegenheit noch von Herrn Dr. Dietrich hören.

Ich fragte abschließend Herrn Dr. Dietrich noch, wie er sich die Abrechnung der Alkohole gedacht hätte. Exakte Unterlagen liegen hierüber noch nicht vor. Wie gesagt beabsichtigt die Monopolverwaltung alle Anteile unter 80° zu übernehmen und uns den Rest zu überlassen. Die Kolonnen sollen den Firmen leihweise übertragen werden, sodaß wir nur eine Art Benutzungsgebühr zu zahlen hätten; darüber hinaus

entstehen uns folgende Kosten:

Aufstellung der Kolonnen,

Lieferung von Wärmeaustauschern, Pumpen, Leitungen und

die gesamten Destillationskosten zur Herstellung des 75 %igen Alkohols,

wobei Herr Dr. Dietrich darauf hinwies, daß die ganze Alkoholgewinnung nur dann wirtschaftlich wäre, wenn man Abdampf verwendet. Wenn wir die höheren Alkohole wieder zurückübernehmen, entstehen uns noch zusätzlich die Kosten für die Destillation des entwässerten Produktes. Es ist beabsichtigt, alle Firmen, die sich mit der Alkoholgewinnung beschäftigen, zu einer gemeinsamen Besprechung einzuladen, um die Abrechnungsfragen zu klären.

## Anlage 4

Alkoholbestimmungen vom 20.10.1943.

8812

Probe:	Wasserige Alkohol GR	15	100 Kiger Alkohol GR	gew.% Alkohol
.K.Anlage I	63	0,909	29,6	,15
.K.Anlage II	-	-	-	<0,1
ondensation + II stufe I	150	0,866	103	0,51
ondensation I, stufe II	231	0,861	164	0,82
Anlage III	194	0,863	138	0,69

Anlage 2

8813

Alkoholbestimmungen.

Kondensator + Lauge III vom 2.11.43  
Adsorber 6 vom 5.11.43

Probe:	wässriges Alkohol gr	D <sub>15</sub>	100 %iger Alkohol gr	Gew.% Alkohol
Kondensator I+II Stufe I	153	0,851	116	0,6
Kondensator II Stufe II	273	0,852	205	1,0
Lauge III	168	0,856	123	0,61
Adsorber 6 5 - 10 Min.	174	0,859	125	0,63
Adsorber 6 10 - 15 Min.	104	0,860	75	0,37
Adsorber 6 20 - 24 Min.	16	0,912	7,2	0,035

Alkoholbestimmungen.

Adsorber vom 12.11.43  
 Kondensator + Lauge III vom 13.11.43  
 A.K.-Anlage I vom 18.11.43

Probe:	wässriger Alkohol gr.	D <sub>15</sub>	100 %iger Alkohol gr.	Gew.% Alkohol
Kondensator I+II Stufe I	139	0,853	104	0,52
Kondensator II	1880 gr angerandt			
Stufe II	106	0,850	82	0,45
Lauge III	83	0,850	64	0,32
Adsorber 11 5 - 10 Min.	53,9	0,867	37	0,185
Adsorber 11 10 - 15 Min.	35,2	0,905	17,2	0,086
Adsorber 11 20 - 24 Min.	8,8	0,880	5,3	0,026
A.K.-Anlage 1	45	0,865	31	0,155

Anhang zur Aktennotiz mit Herrn Dr. Dietrich.

Betr.: Alkoholbestimmung im Druckkondensat und im Kondensat der A.-Kohle-Anlage 1 (Druckanlage)

Zwischen dem 20.10. und dem 18.11. habe ich 3 x den Alkoholgehalt im Wasser der Druckkondensation und der A.K.-Anlage ermitteln lassen. Nach den Angaben von Herrn Dr. Ohme, kann man die Alkohole durch reine Destillation bis auf etwa 75 % anreichern und dann unter der Annahme eines spez. Gewichtes von 0,8 bis 0,81 für die reinen Alkohole den effektiven Alkoholgehalt berechnen. Die Herstellung wasserfreier Alkohole ist im Labormaßstab nicht ganz einfach. (Vergl. beiliegende Aktennotiz.)

+ man Um die Bestimmungen nicht mit zu kleinen Mengen durchführen zu müssen, habe ich jedesmal 20 l destillieren lassen. Von diesen 20 l wurde in einem einfachen Kugelaufsatz etwa 1 l abdestilliert, bis der Rückstand praktisch alkoholfrei war. Das Destillat ist dann weiter an verschiedenen Kolonnen sorgfältig fraktioniert worden; wobei bis auf ein spez. Gewicht von 0,850 entsprechend 77 - 78 Gewichts% Alkohol kommen kann. Die Ergebnisse sind auf Anlage 1 bis 3 zusammengestellt. Die Angaben beziehen sich jedesmal auf 20 l Kondensat. Das A.K.-Kondensat habe ich auch in den einzelnen Stufen der Ausdampfung erfassen lassen; die Werte zeigen, daß in den ersten Minuten bereits, die größte Menge Alkohol abgetrieben wird. Im Durchschnitt ergibt sich, daß das Wasser der 1. Stufe einen Alkoholgehalt von 0,54 % aufweist, das der zweiten Stufe 0,76 % und das der dritten Stufe 0,54 %. Das Kondensat der Aktivkohle hat im Mittel nur 0,2 %.

Auf Grund von Umsatz und Produktionszahlen ergaben sich nachstehende Mengen:

1. Stufe:  
63 tato flüss. Prod. x 1,65 = 104 Tato Wasser
2. Stufe:  
36 tato flüss. Prod. x 1,65 = 59 Tato Wasser
3. Stufe:  
15 tato flüss. Prod. x 1,65 = 25 Tato Wasser.

Die 3. Stufe erhält noch täglich 19 m<sup>3</sup> Zusatz-Lauge. Die A.K.-Anlage 1 hatte während der Untersuchungszeit eine Tagesdampfmenge von etwa 185 t.

Aus den genannten Produktionszahlen und den Alkoholgehalten ergaben sich für die einzelnen Stufen folgende Alkoholmengen:

1. Stufe 560 kg/Tag
2. Stufe 450 kg/Tag
3. Stufe 240 kg/Tag
- A.K.-Anlage 370 kg/Tag

Zusammen 1620 kg.

Zu destillieren sind zirka 400 m<sup>3</sup> Wasser pro Tag mit einem Alkoholgehalt von im Mittel 0,4 %. Erforderlich ist hierfür nach den Angaben von Herrn Dr. Dietrich etwa eine 1,5 m Kolonne.

8816

Bei der Kreislaufsynthese ändert sich grundsätzlich nichts, da das Einspritzwasser der Kondensation indirekt gekühlt wird. Auf Grund der für die Kreislaufsynthese eingesetzten Gasmengen und Ausbeuten erhält man etwa 500. m<sup>3</sup> Reaktionswasser und A.X.-Kondensat täglich mit einem durchschnittlichen Alkoholgehalt von 0,5 %, sodaß die Gesamtmenge von Alkohol täglich etwa 2 1/2 t betragen wird.

*Kaw*