

## Aktennotiz

über die Besprechung mit Herrn Dr. Ohme  
von der Firma Hoesch

Dortmund am 22.10. 1943

Anwesend: Herr Dr. Ohme  
Herr Dr. Velde

Verfasser: Herr Dr. Velde

Durchdruck an:  
Prof. Dr. Martin  
Dir. Dr. Hagemann  
Dir. Saibel  
Dr. Schuff  
Dr. Foist

Zeichen: Datum:

Betr.-Labor. V/P 4.11.1943

### Betrifft: Alkoholvergewinnung aus dem Abwasser der Synthese.

Mit Schreiben vom 9. bzw. 16.10. war uns vom Gebechem bzw. von der Monopolverwaltung mitgeteilt worden, daß wir, wie die Firmen Hoesch und Schaffgotsch uns darauf einrichten sollten, aus dem Abwasser unserer Druckanlage Alkohole zu gewinnen. Da die erste Anregung zu der Erstellung einer solchen Anlage von Herrn Dr. Ohme ausgegangen war, der bei der Arbeitstagung der Synthesewerke am 8. Jan. 1943 auch darüber berichtet hatte und außerdem bei Hoesch bereits eine solche Anlage in Betrieb ist, suchte ich Herrn Dr. Ohme auf, um von ihm nähere Einzelheiten zu erfahren.

Die Alkohole (in Wirklichkeit handelt es sich um eine Mischung von Alkoholen, Ketonen und Aldehyden) sind gewinnbar im A.-Kohlkondensat und im Druckkondensat der Drucksynthese. Und zwar hat Herr Dr. Ohme bei Hoesch im A.-Kohlkondensat 0,5-0,6 % gefunden und im Druckkondensat 1-1,5 %. Bei Schaffgotsch sollen ähnliche Verhältnisse vorliegen. Zur Bestimmung werden größere Proben des Wassers destilliert. Bei der 1. Destillation, zu der das Wasser etwas alkalisch gemacht wird, werde etwa 10 % abdestilliert, die meistens genügen, um restlos alle Alkohole überzutreiben. Der Nachweis, daß im Rückstand keine Alkohole mehr enthalten sind, wird nur durch Geruch geführt. Das Destillat I wird erneut destilliert und wieder soviel abdestilliert, bis der Rückstand alkoholfrei ist. Während bei der 1. Destillation ein normaler Kugelauflauf genügt, muß bei der 2. Destillation mit einer mittelhohen Widmer-Kolonne arbeiten. Normalerweise ist es ausreichend, wenn von Destillat I etwa 25 % abdestilliert werden. Im Destillat II sind meist die Alkohole schon so stark angereichert, daß man eine vorläufige Mengenbestimmung mit Hilfe des spez. Gewichtes durchführen kann, da der Durchschnitt der reinen Alkohole ein spez. Gewicht von 0,81 besitzt. Im Destillat II können bereits 30-40 % Alkohole enthalten sein. Zur Abtrennung von Wasser muß erneut destilliert werden; es ist hierbei zweckmäßig, nach Bergang der niedrig siedenden Alkohole die Vorlage zu wässern, da die höchst siedenden Alkohole sehr wenig wasserlöslich  
b.w.

+ man

818  
sind, sodaß sich meist schon im Kolben, auf jeden Fall aber im Destillat zwei Schichten bilden. Man kann so durch gute Fraktionierung die Alkohole bis auf 70% anreichern. Der Rest des Wassers kann nur durch Feinfraktionierung und anschließende Destillation über Kalk oder durch azeotropische Destillation entfernt werden. Im Laboratorium ist aber bisher die azeotropische Destillation noch nicht gelungen, sodaß der wasserfreie Alkohol nur durch Kalkdestillation hergestellt werden ist.

Über die Zusammensetzung der Alkohole konnte mir Herr Dr. Ohme keine erschöpfende Auskunft geben, da sich die verschiedenen Untersuchungsteilen noch nicht ganz einig sind, und wasserfreies Produkt aus der Großanlage, mit dem man die Möglichkeit hätte, größere Mengen aufzuteilen, bei ihm noch nicht vorgelegen hat. Der Gehalt an Äthylalkohol dürfte in der Größenordnung von etwa 20%, auf die wasserfreien Alkohole bezogen, liegen. Die höheren Alkohole sind zum Teil in größeren Mengen vorhanden. Aldehyde scheinen in der Größenordnung von etwa 3-5% im Durchschnitt vorhanden zu sein, können aber in einzelnen Fraktionen bis zu 12% angereichert sein.

Anschließend besichtigten wir die bei Heesch laufende Anlage zur Gewinnung der Alkohole. Sie ist außerordentlich einfach und besteht aus einigen Wärmeaustauschern und einer Fraktionierkolonne von 46 Böden. Die Kolonne ist nicht neu, sondern ist Heesch von der Monopolverwaltung zur Verfügung gestellt worden. Die Böden sind deswegen auch nicht ganz modern, sondern sind als Tunnelböden ausgebildet. Das alkalisierte Wasser (die Alkalisierung geschieht in den Scheidebehältern durch Zusatz von Soda) wird über die Wärmeaustauscher der dampfbeheizten Kolonne zugeführt. Der angereicherte Alkohol wird über Kopf abgenommen und geht zum Teil wieder als Rückfluß auf die oberen Böden der Kolonne. Der Alkoholgehalt des abgehenden Produktes liegt zwischen 60 und 70%, die Temperaturen am Kopf sind etwa 70-72°C und am Sumpf ca. 80°C. Die Kolonne hat eine Höhe von etwa 5 bis 6 m und ca. 1 bis 1 1/2 m Durchmesser.

Über die Wirtschaftlichkeit machte mir Herr Dr. Ohme folgende Angaben: Der Dampfverbrauch beträgt etwa 10 t pro t reinen Alkohol, dazu kommen noch die Kosten für Strom, Kühlwasser, Bedienung und Amortisation der Anlage. Der aufkonzentrierte Alkohol wird in einer Verarbeitungsanlage der Monopolverwaltung weiter destilliert und verschickt Heesch sein Produkt in eine Destillation in Neu-Isenburg bei Frankfurt/a. Main, dort wird durch azeotropische Destillation das Wasser restlos entfernt und außerdem das wasserfreie Produkt in verschiedenen Fraktionen aufgeteilt. Die Monopolverwaltung übernimmt lediglich den Äthylalkohol; alle übrigen Bestandteile, das heißt vorwiegend, Isopropyl-, Butyl- und Amylalkohol als die Hauptbestandteile, übernimmt Heesch wieder zurück. Es besteht die Möglichkeit einzelne Fraktionen getrennt aufzufangen, sodaß voraussichtlich Heesch die Bestandteile getrennt erhält. An Kosten entstehen hierbei zusätzlich nur die, die für die Fraktionierung. Über die Verwendung der höher siedenden Anteile konnte ich von Herrn Dr. Ohme noch nichts Endgültiges erfahren, anscheinend ist man sich bei Heesch noch nicht im Klaren, was man damit machen soll; man kann die Produkte jedenfalls in der Lackindustrie unterbringen. Die Monopolverwaltung hat für den Alkohol keinen festen Preis, sondern übernimmt ihn nach den Gesteungskosten. Die Übernahme der höher siedenden Anteile ist dadurch gerechtfertigt, daß man für diese Bestandteile höhere Preise als für den Äthylalkohol erzielen kann. Beispielsweise liegt der Großhandelspreis für Amylalkohol in der Größenordnung von 100,- RM. Viel wird aus der Anlage nicht herauspringen, ich nehme aber an, daß sie sich tragen wird.

Ich habe mir inzwischen die entsprechenden Abwässer aus unseren Anlagen verschafft und bin damit beschäftigt, die darin enthaltenen Alkohole zu bestimmen. Nach den ersten Untersuchungen finde ich im A.-Kohlekondensat nur 0,2 % und im Druckkondensat etwa 0,6 bis 0,7 % also insgesamt nur die Hälfte von dem was Heesch bestimmt hat. Die Untersuchungen sind aber noch nicht abgeschlossen.

V. Müller