

A9
2220

Dehydrierung von Isopropylalkohol. (Ketonisierungsanlage)

Der Kontakt wurde am 7. Mai 1942 mit Luft regeneriert bei allmählicher Temperatursteigerung von 420 auf 590°, wobei keine Kohlensäure festgestellt werden konnte. Nachdem ein Dampfdruckregler, (für die Konstanz der Verdampfertemperatur) eine Druckausgleichsleitung zwischen Verdampfer und Vorratsbehälter, und ein ca. 1 m hoher mit 138 Röhren ausgestatteter Röhrenkühler in den unteren Teil des Wäschers eingebaut waren, wurde am 8. Juni die Dehydrierung erneut aufgenommen.

Bei 415 - 420° und 26 m³/h H₂ entwickelte sich im Laufe des Tages über 13 Stunden der Umsatz von 77% auf 85% Keton in der Vorlage, während die Olefingehalte im Gas rund 5% betragen. Die in der Nacht vom 8. zum 9. Juni wegen Fliegeralarm abgestellte Anlage wurde am 9. Juni wieder angefahren, unter den gleichen Bedingungen wie am Vortage. Die Ausbeute steigerte sich weiterhin kontinuierlich auf 86% und hielt sich während des ganzen Tages auf diesen Wert, während die Olefine im Gas auf den immer noch zu hohen Wert von 3,9% allmählich abfielen. Eine solche lange Anlaufperiode ist damit im Betrieb erstmalig beobachtet worden.

Es zeigte sich jedoch bei der wiederholten Bilanzrechnung ein Verlust von ca. 40% (von 17.45 - 16.00 Uhr am 10.6.1942), der nur durch eine Undichtigkeit im System zu erklären ist. Diese Undichtigkeit stellte sich nach längeren Prüfungen des Ofens (Nachziehen sämtlicher Flammverschraubungen, erneute Abdichtung des Thermometerstutzens) an dem Schieber des Rohres, das zur Außenluft führt, heraus.

Am 10.6. wurde die Anlage um 17.00 Uhr erneut angefahren und im Laufe der Nacht bilanzmäßig verfolgt: 19.00 - 6.00 Uhr, 11.6. = 11 Stunden.

Bei 420° und 24,5 m³/h H₂ (Anzeige des Rotamessers) und einer Verdampfertemperatur von 72 - 73°, 60 - 70 mm Hg-Widerstand vor Kontakt wurden rund 84% Ketone in der Acetonvorlage durch Titrieren ermittelt bei einem Olefingehalt von 1,5 - 2% (!) im Restgas.

Aufgabe an Isopropylalkohol 78 l/h (aus Abnahme im Behälter errechnet)

Keton in Vorlage 31,2 l/h bei 22° (aus Zunahme im Behälter errechnet.) = 40 % des Einsatzes.

ca. 200 l/h Waschwasser mit 15 Ge.-% Keton (gespindelt - ohne Temperaturberücksichtigung) = $\frac{30 \text{ kg}}{0,791} = 38 \text{ l} = 49 \%$ des Einsatzes

Entwickelte Gasmenge/h = 21,1 m³, bei 300 l Waschwasser.

Restbelastung im Gas nach Wäscher ca. 1 g/50 l Gas = 20 g/m³ = 0,5 l/20m³. - 31 l + 38 l + 0,5 l = 69,5 l.

Demnach ca. 11 - 12 % scheinbarer Verlust.

(Die % Azeton in der Restbelastung werden nicht bestimmt in Ermangelung von Substanz.)

Der Rückgang von 40% Verlust (an den beiden Vortagen) auf 11 - 12% ist ziemlich erheblich und sind diese 12 % nach meiner Überzeugung auf die Ungenauigkeiten der Waschwassermenge, der Bestimmung des Ketongehaltes im Waschwasser durch Dichtebestimmung, (Nichtbeachtung der Temperatur) im wesentlichen zu suchen. Die entwickelte und mit Trockengasuhr insgesamt gemessene Gasmenge von 21,1 m³/h ist auch aus folgender Rechnung:
78 l/h Isopropylalkohol = 61 kg/h = 22,8 Nm³/h oder 24,5 m³/h, bei 84% Ketongehalt demnach 20,6 m³/h, zu erwarten. Die letztere Rechnung beweist, daß die Apparatur bei der Versuchstemperatur nunmehr im wesentlichen gasdicht ist, und der scheinbare Verlust von 11 - 12% in der Bilanz, wie bereits oben dargelegt, m.E. in der mangelhaften Bestimmung der Waschwassermenge und deren Ketongehalte zu suchen ist. Jedenfalls fällt der größere Teil des Azetons in der Auswaschung an und nicht unmittelbar in der Vorlage.

Die Dichtigkeit der Apparatur wurde noch experimentell bei 420° geprüft, indem die Schieber vor und nach dem Kontaktbfe geschlossen wurden, in die Apparatur Schutzgas bis 300 mm Hg eingelassen und in Abhängigkeit von der Zeit die Druckabnahme festgestellt wurde. Für einen Abfall von 70 auf 60 mm Hg (praktischer Bereich) waren 20 s erforderlich, d.h. bei einem Volumen von 140 l ein Gasverlust von 2,6 l bei 420°, oder 1,03 l bei 20°, d.h. 470 l/h oder 181 l/h bei 20°.

Das übrige System hielt während einer Stunde konstant den Gasometerdruck von 12 mm Quecksilber.

fu
- 3 -

Wärmebilanz des Ofens (Rekuperator).

Das Restgas, das zur Beheizung dient, hat die durchschnittliche Zusammensetzung

8% CO	entsprechend	40 l O ₂
10% H ₂	"	50 l O ₂
17% CH ₄	"	<u>340 l O₂</u>

430 l O₂ entsprechend 2,04 m³ Luft
theor.

Vorgeschlagen wurde von Herrn Dr. Schumacher ein Verhältnis von 1 : 2,6.

63 m³ Restgas/h entspr. 63 . 2200 = 138 000 Cal.

25 m³ H₂/h " 25 . 3000 = 75 000 Cal.
63 000 Cal.

Die Endotherme Reaktion verbraucht für 68,5 kg Alkohol/h
68,5 . 160 = 11 000 Cal.

Bei einer Schätzung der spez. Wärme für Alkohol mit 1 Cal./m³
ergeben sich 20,8 . (420 - 80) . 1 = 7 100 Cal. für Aufheizung
Alk. + 22,5 . (420 - 80) . 0,33 = 323 600 Cal. für " d.
H₂. 30 700 Cal.

11 000 Cal.
30 700 Cal.
41 700 Cal.

Als Gesamtwärmeverlust errechnet sich somit
138 000 Cal.
104 700 Cal.
33 300 Cal. = 24%.

Zum Durchsatz an der Dinkelkolonne.

In Unterbrochenem Betriebe wurden an der Dinkelkolonne 4200 l wässriges Ketón durchgesetzt und 640 l konzentriertes Aceton (85 - 90%) entsprechend einer Siedetemperatur von 60 - 62° am Kopf der Kolonne aufgefangen. Das sind 15% vom Einsatz. Der 100%igen Aceton entsprechende Siedepunkt von 56°C wird an der Kolonne selbst bei totalem Rücklauf nicht angezeigt. Damit hat sich die Dinkelkolonne bei hohem Durchsatz von 250 - 300 l/h zur Anreicherung des Acetons bewährt, während die ursprüngliche Forderung der Destillation am Reinalceton an ihr in der jetzigen Form nicht erfüllt wird.

