

Destillation HülsA. Butol-Destillation

Das Rohbutol wird von der Hydrierung mit einem pH von 4.5 geliefert. Es wird ebenso wie in Schkopau durch Zugabe von KOH neutral gestellt. Mit der gleichmäßigen Zugabe unmittelbar in eine Mischstrecke der Zuleitung zur Kolonne I hat Hüls Schwierigkeiten gehabt und sah sich deshalb genötigt, am Ende der Mischstrecke einen Probehahn einzubauen, um das pH verfolgen zu können.

Zugabe: ca. 2.3 l KOH 20.5 %ig auf 1 cbm Rohbutol.

Die Dosierung erfolgt mit einer Schwinghebelpumpe Leistung 0 - 75 l/h)

I. Butol-Vorlaufkolonne

Das Rohbutol wird in Hüls über einen Ovalradmesser und einen Vorwärmer auf den 8. Boden der Rohbutolkolonne gefahren. Der Vorwärmer erwärmt das Rohbutol auf ca. 75°. Er ist sehr groß ausgelegt, sodaß er die Leistung des Wiederaufkochers wesentlich entlasten kann. Auch Hüls hat sehr unter der Verkiegelung des Wiederaufkochers der Kolonne I zu leiden. Um diese Schwierigkeit auf ein Mindestmaß zu beschränken, hat Hüls eine Reihe von Filtern in die Rohbutolleitung vor Eingang in die Kolonne geschnitten:

- 1) 2 parallele Filter unmittelbar hinter den Tank im Tanklager
- 2) 2 parallele Filter am Eingang in den Destillationsbau
- 3) 2 parallele Filter vor den Ovalradmesser

Diese Filter müssen sehr häufig gereinigt werden. Es werden einfache Feinmaschige Drahtsiebe benutzt. Trotz dieser mehrfachen Filtration läßt es sich nicht vermeiden, daß die Röhrchen des Wiederaufkochers häufig gereinigt werden müssen. Sie werden zu diesem Zweck mit 4 m langen Bohrern ausgebohrt. Es wird von oben nach unten gebohrt. Das Bohren von unten nach oben wird als schwer durchführbar und unangenehm bezeichnet. Bei der Planung für Auschwitz ist hierauf Rücksicht zu nehmen. Es muss deshalb die Überdachung des Wiederaufkochers entweder die notwendige Höhe haben oder es muss eine Öffnung im Dach vorgesehen werden, um die 4 m langen Bohrer in die Röhrchen des Wiederaufkochers einführen zu können.

Im Gegensatz zu Schkopau, welches Wert darauf legt, in der Kolonne I möglichst viel Wasser abzutreiben und deshalb mit 60 - 65% Wasser im Destillat fährt, hat Hüls das Bestreben, möglichst wenig Wasser in der Kolonne I abzutreiben. Dieses Bestreben liegt deshalb vor, weil die Absicht besteht, das gesamte Destillat der Kolonne I, nicht nur das Rohbutanol nachzuhydrieren. Die Hydrierung darf aber nicht zu sehr mit Wasser belastet werden. Hüls beabsichtigt, das gesamte Destillat der Butol-Vorlaufkolonne nachzuhydrieren, um die Schwierigkeiten mit dem Druckverkocher und der Raschigkolonne zu umgehen. Es wird angenommen, daß immer spritarm gefahren wird, sodaß der Anfall an Vorlauf in der Kolonne I so gering sein wird, daß eine Kammer zum Nachhydrieren ausreicht. Als weiterer Vorteil dieser Methode wird angeführt, daß der eingesetzte Kohlenstoff zu 100% ausgenutzt wird. Um auch den Anfall an Butanolwasser möglichst gering zu halten und dadurch die diskontinuierliche Kolonne zu entlasten, wird das Butanolwasser aus der Butanol-Destillation

auf den Kopf der Kolonne I zurückgefahren. Der größte Teil dieses Wassers soll butanolfrei im Sumpf zurückgehalten werden. Im den Wasseranteil im Destillat der Kolonne I zu unterdrücken, wird sehr tief in die Kolonne I eingefahren, und mit relativ hohem Rücklauf von 0.7 belüftet (Schkopau 0.1 - 0.2). Die Destillation wird durch eine Geruchsprobe des Sumpfes verfolgt. Theoretisch müsste es möglich sein, mit einem Wassergehalt von 25% im Destillat den gesamten Sprit und das Rohbutanol abzutreiben, tatsächlich sind hierfür aber 30 - 35 % Wasser im Destillat notwendig. Trotzdem Hüls mit so geringem Wassergehalt im Destillat fährt, liegt es bezüglich der Nebenprodukte nicht schlechter als Schkopau. Während aber in Schkopau der Hexanolanfall fast vollständig gewonnen wird, geht dieser in Hüls z.T. verloren. Die Hexan - Fraktion, welche in Schkopau in der diskontinuierlichen Destillation abgetrennt wird, verunreinigt in Hüls als öliges Nebenprodukt das Abwasser der Kolonne III.

Der Eingang in die Kolonne ist 10.4 t/h Rohbutol. Es destillieren 1300 kg/h über Kopf. Der Ginabat-Kondensator hinter der Kolonne I war ursprünglich mit 60 qm ausgelegt, hat aber bei einer Beaufschlagung der Kolonne mit 9 t/h nicht mehr ausgereicht und wurde deshalb ersetzt durch einen Kondensator von 150 qm Kühlfläche (für 12 vorgesehen: 100 qm). Das Kühlwasser des Kondensators wird auf eine Ausgangstemperatur von 45°C gefahren.

II. Entwässerungskolonne (Kolonne III)

Der Sumpf der Kolonne I wird auf den 2. - 4. Boden der Kolonne III gepumpt. Die Kolonne arbeitet in Hüls mit einem Vakuum von 55-40 mm Hg, welches lediglich durch Elmopumpen erzeugt wird. Der der Kolonne vorgeschaltete Produktvorwärmer ist nicht in Betrieb. Das Vakuum wird in Schkopau durch richtige Kühlwasser-Beaufschlagung gehalten. In Hüls wurde in Erfahrung gebracht, daß Schkopau das Kühlwasser neuerdings durch einen GST-Regler regelt und hierbei als Impuls den Kolonnendruck benutzt. In Hüls wird die Entwässerungskolonne mit einem Rücklauf von 0.20 - 0.25 betrieben. Das abdestillierte Wasser enthält noch viele organische Bestandteile. Es riecht stark nach Butanol, enthält ein Öl und wirkt stark korrodierend. Deshalb konnte es nicht mit einem Voltmann-Zähler oder mit einem Optima-Zähler, sondern musste mit einer Kippwaage gemessen werden. Die Korrosionserscheinungen an den Durchflusszählern traten vor allem an den Achsen auf. Da diese Schwierigkeiten in Schkopau nicht beobachtet wurden, wird vermutet, daß deren Zähler noch aus seewasserfesten Friedenslegierungen (Marinelegierung) gebaut sind. Es ist aber auch möglich, daß in Hüls das Kondensat infolge des geringen Destillat-Anfalls in der Kolonne I so sehr verschmutzt ist, daß die Korrosionserscheinungen an den Zählern hierauf zurückgeführt werden müssen (Werkstoff in Schkopau erfragen). Die Entwässerungskolonne III wird in Hüls nicht mit Kondensat, sondern mit dem Destillat belüftet. Auch Hüls empfiehlt, das Destillat nicht unmittelbar in den Abwasserkanal, sondern über eine Schlackenhalde abzugeben. In Hüls wird es entgegen dem Einspruch der Wasserabteilung mit dem Abwasser der Elmos vereinigt und unmittelbar in die Abwasserleitung gegeben.

Der Sumpf der Kolonne III ist ebenso wie in Schkopau mit Zwangsumlauf versehen. Es ist aber beabsichtigt, auch hier auf den Zwangsumlauf zu verzichten.

III. Reinbutol-Kolonne (Kolonne IV)

Der Sumpf der Butol-Entwässerungskolonne wird über einen Vorwärmer, welcher in Hülls in Betrieb gehalten wird, auf den 2. Boden der Reinbutol-Kolonne gegeben. Die Förderung erfolgt mit einer IGS-Pumpe, welche bisher keine Schwierigkeiten bereitet hat. Das Vakuum der Kolonne IV wird in Hülls durch einen Dampfstrahler vorwiegend durch eine Elmopumpe erzeugt. Es ist zwar ein Dampfstrahler vorhanden, dieser wird aber nicht betrieben. Auch Hülls macht darauf aufmerksam, daß die Elmos unbedingt säurefest sein müssen. Gußeiserne Elmos sind völlig unbrauchbar. Da Hülls Bronzeläufer, welche absolut beständig sind, nicht zur Verfügung stehen, werden Läufer aus Schmiedeeisen benutzt. Diese halten aber auch nur wenig länger als gußeiserne Läufer. Die Elmos werden in Hülls mit Flußwasser gefahren, auch wenn die Rückkühltürme in Betrieb sind. Der Kolonnensumpf in Hülls ist ebenfalls mit Umwälzpumpen versehen. Die Leitungen aus dem Sumpf über die Umwälzpumpen zum Wiederaufkocher sind mit Kompensatoren versehen, ein Abrieb wurde hieran bisher nicht beobachtet, die Kupferschürzen wurden deshalb bisher nicht eingebaut. Der Austrag aus dem Kolonnensumpf erfolgt in Hülls über Standregler mit einer Kreiseispumpe. Schwierigkeiten wurden nicht beobachtet. Insbesondere arbeitet im Gegensatz zu Schkopau der Standregler gut. Nur das Überströmventil klebt bisweilen. Es ist deshalb erforderlich, die Leitungen häufiger zu reinigen. In Hülls wird die Reinigung mittels Dampf durchgeführt, welcher kurz vor Eingang in die Kolonne an die Überströmleitung angeschlossen ist. Die Überströmleitung wird zu diesem Zweck gegen die Blase durch ein Ventil abgesperrt und es wird Dampf zurückgeblasen. Um bei laufendem Betrieb das Eindringen von Wasserdampf in den Kolonnensumpf zu vermeiden, ist die Dampfleitung wiederum gegen die Überströmleitung durch ein Doppelventil mit Zwischenentspannung angeschlossen. Es wird vermutet, daß die Standregelung im Kolonnensumpf der Kolonne III in Hülls deshalb gut arbeitet, weil der Sumpf nicht so weit ausdestilliert wird wie in Schkopau, denn Hülls hat der Kolonne IV noch eine Ausquetsch-Kolonne nachgeschaltet. Der Sumpf dieser Kolonne ist ebenfalls mit Standregler ausgerüstet. Auch diese Regelung hat keine Schwierigkeiten bereitet. Der Austrag aus der Kolonne V erfolgt mit Zahnradpumpen nicht aus dem Kolonnensumpf selbst, sondern aus der tiefsten Stelle des Wiederaufkochers. Der Sumpf der Kolonne V ist in Hülls häufig versalzen, deshalb sind die Abgänge zum Wiederaufkocher nicht an der tiefsten Stelle des Sumpfes, sondern seitlich angebracht. An der tiefsten Stelle ist ein Puffertopf eingebaut, welcher mit einem Ventil gegen den Sumpf abgeschlossen werden kann. Bei Zunahme der Rückstände im Sumpf der Kolonne wird dieser z.T. in den Puffertopf abgelassen, aus welchem er mittels Stickstoff unmittelbar in einen Kesselwagen abgedrückt werden kann. Außerdem ist der Kolonnensumpf noch mit 2 Reserveabgängen versehen.

Über Kopf der Kolonne IV destilliert Reinbutol, welches in einem Hinabat kondensiert wird. Auf Befragen erklärte Dr. Haag, daß er die den Hinabat-Kondensatoren nachgeschalteten Luftkühler nicht entfernt hat, da er auf dem Standpunkt steht, daß sie in den Vakuumsleitungen zur Pumpe die Kondensation vom Produkt verhindern. Er führt an, daß das Produkt im Kondensator nur bis ca. 50°C abgekühlt wird. In den Inertgasleitungen befindet sich also dampfförmig Produkt entsprechend seinem Dampfdruck bei 50°C. Wenn die Inertgase unter 50°C abgekühlt werden, kondensiert ein Teil des Produktes und führt zu Schwierigkeiten in den Pumpen.

Das Reinbutol wird in Ovalradzählern gemessen ins Tanklager gepumpt. Mit den Ovalradzählern hat Hülls keine Schwierigkeiten gehabt. Die Messung im Betrieb durch Ovalradzähler, die Messung des Tankstandes und die Messung der abgehenden Menge stimmen in Hülls überein. Hülls glaubt daher nicht daran, daß Gas-

Blasen mit dem Produkt anfallen und die Messung fälschen. Es ist aber zu berücksichtigen, daß Hüls das Reinbutol vor Abgabe an einen Fremdbetrieb im Gegensatz zu Schkopau im Tanklager des eigenen Betriebes lagert. Schkopau pumpt unmittelbar von der Kolonne zum Fremdbetrieb, sodaß die Schkopauer ~~Verrechnungsschwierigkeiten~~ welche hier auf Gasblasen im Reinbutol zurückgeführt werden, nicht völlig von der Hand zu weisen sind.

Die Vorlagen sind in Hüls z.T. hinter die Pumpen gestellt. Diese Anordnung hat sich sehr gut bewährt und ergibt eine ausgezeichnete Übersichtlichkeit des Pumpenhauses.

IV. Kolonnenabmessungen

- | | | | | | |
|----|---------------|-----------|--------------|----------------|-------------------------|
| 1) | 1600 ϕ , | 30 Böden, | 500 Abstand. | $\tau = 0.75,$ | 0.42 m/sec Dampfgeschw. |
| 2) | 1600 ϕ , | 45 Böden, | 400 Abstand. | $\tau = 0.4,$ | 0.31 m/sec Dampfgeschw. |
| 3) | 2600 ϕ , | 30 Böden, | 500 Abstand. | $\tau = 0.22,$ | 0.60 m/sec Dampfgeschw. |
| 4) | 3000 ϕ , | 30 Böden, | 500 Abstand. | $\tau = 0.47,$ | 1.00 m/sec Dampfgeschw. |

Die Dampfgeschwindigkeit ist errechnet für eine Belastung der Kolonnen mit 12.5 t/h Rohbutol.

B. Butanol-Destillation

Die Leitungen für Butanol unhydriert und hydriert zur und von der Hydrierung sind in Hüls beheizt. Ebenso sämtliche Leitungen, in welchen wassernhaltiges Butanol gefördert wird. Das Butanol kehrt von der Hydrierung mit einem pH von 4.0 - 4.5 zurück und wird durch KOH-Zusatz auf ein pH von ca. 9.5 gestellt. Die Dosierung des KOH erfolgt mit Schwingnebeln (Leistung 0 - 17 l/h). Bei einem normalen Einsatz von 1000 l/h Butanol hydriert in die Kolonne wird 1 l KOH 5 %ig eingesetzt (es wird ganz allgemein in Hüls zur Einstellung des pH ausschließlich KOH benutzt). Die Zudosierung erfolgt erst auf dem Wege vom Tanklager zur Kolonne. Deshalb muss der Stapelbehälter für Butanol hydriert korrosionsfest sein. Die beiden Tanks für Butanol hydriert und unhydriert sind in Hüls mit Vinoflex ausgekleidet. Der Mischer für die KOH-Zudosierung besteht aus einer einfachen mit V2A-Raschigringen gefüllten Rohrerweiterung, in welche die KOH im Gegenstrom eingedrückt wird.

Die Butanol-Destillation bereitet keine Schwierigkeiten. Insbesondere wurden Verkieselungen an Verdampfern nicht beobachtet. Das über Kopf der Entwässerungskolonne destillierte Azeotrop enthält ca. 20 - 25 % Wasser. Es wird in der Florentiner Flasche geschieden. Das gesamte Butanol feucht wird zur Belüftung der Kolonne benutzt. Das abgeschiedene Butanolwasser enthält noch 10 - 12 % Butanol. Es wurde ursprünglich diskontinuierlich aufdestilliert und das hierbei anfallende Butanol zum Butanol hydriert zurückgegeben. Hierdurch wurde das im Butanolwasser enthaltene sek-Butanol angereichert. Es entstanden dadurch Schwierigkeiten derart, daß die Ausbildung der Trennschicht in der Scheideflasche nach der Entwässerungskolonne sehr unvollständig wurde. Deshalb wird nunmehr dieses diskontinuierlich gewonnene Butanol zum Butanolvorlauf II gegeben, welcher wiederum diskontinuierlich destilliert wird. Bei dieser Destillation wird nunmehr eine Fraktion von sek-Butanol abgetrennt, sodaß dessen Anreicherung in dem der kontinuierlichen Destillation zurückgegebenen Butanol nicht mehr festzustellen ist.

*Yon der
Vorlauf
Kd. mm
100% S. f. f.
über Kopf
NH*

1942

Der Anfall an Reinbutanol beträgt ca. 60% des Rohbutanols (Rohbutanol = 70% des Reinbutanols) Der Sumpf der Reinbutanol-Kolonne wird diskontinuierlich aufgearbeitet. Er wird als Butanolrückstand ieklarirt.

C. Diskontinuierliche Destillation

In der diskontinuierlichen Destillation in Hüls werden folgende Produkte destilliert:

- 1) Butanolwasser (ca. 30% des anfallenden Rohbutanols)
- 2) Butanolrückstand (ca. 10% des Rohbutanols hydriert)
- 3) Butanolvorlauf I (ca. 5% des Rohbutanols)

Dieser Vorlauf enthält ca. 50 - 60% Sprit, 20% Wasser, 10% Butanol, 5% sek-Butanol und 5% höhere Alkohole. Der Gehalt an sek-Butanol entfällt, wenn das Butolacetal abgetrennt wird. In Hüls wird die Destillation dieses Butanolvorlaufes I nicht vollständig durchgeführt, sondern es wird nur Sprit abgetrieben und der Rückstand von 40 - 50 % des Einsatzes wird als Butanolvorlauf II gestapelt.

- 4) Butanolvorlauf II (ca. 50% des Butanolvorlaufes I)

Er enthält nur noch wenig Sprit, wird mit Benzol entwässert und hierauf fraktioniert destilliert. Die Stapelung des Butanolvorlaufes II erfolgt deshalb, um eine größere Menge fortlaufend destillieren zu können. Die Blasenfüllung der Kolonne ist ca. 50 cbm, welche bis auf 10 cbm ausdestilliert werden kann. Durch beständiges Nachfüllen während der Destillation werden die einzelnen Fraktionen sehr vergrößert.

- 5) Hexanol aus Aldolisation

In Hüls werden die Aldolisatoren wegen der Verkrustung durch K_2CO_3 vornehmlich mit Essigsäure gereinigt. Das allenfalls anfallende Hexanol wird nicht aufdestilliert, da es sehr stark verschmutzt ist.

1) Butanolwasser

ca. 20 Destillationen pro Jahr, Dauer 10 - 12 Stunden pro Destillation. Die Blase wird mit 55 cbm Butanolwasser gefüllt und das Butanol als Azeotrop über Kopf destilliert. Das Destillat wird in einer Florentiner Flasche geschieden. Das anfallende Butanol feucht wird zum Butanolvorlauf II gegeben. Das Butanolwasser wird zur Belutterung der Kolonne benutzt. Es wird solange destilliert, bis kein Azeotrop mehr übergeht, der Kolonnensumpf und die Kolonne also butanolfrei sind.

2) Butanolrückstand

ca. 10 Destillationen pro Jahr, Dauer der Destillation: 4 Tage. Es werden folgende Fraktionen aufgefangen:

- a) 120 - 122°C: es ist ein minderwertiges Butanol, welches zum unhydrierten Butanol zurückgegeben wird
- b) 120 - 138°C: Hexanolvorlauf, kehrt zurück in den Butanolrückstand
- c) 136 - 148°C: Hexanol rein

Nunmehr wird Wasser in die Kolonne gegeben, um das Hexanol restlos von den Böden der Kolonne abzutreiben. Das aufdestillierte Azeotrop wird in einer Florentiner Flasche geschieden in Hexanolwasser, welches zur Belüftung der Kolonne benutzt wird und Hexanol feucht, welches in den Butanolrückstandstank zurückgegeben wird. Dadurch wird der Butanolrückstand angefeuchtet. Dieses nunmehr im Butanolrückstand enthaltene Wasser wird bei der nächsten Destillation mit dem schlechten Butanol (Fraktion a) als Azeotrop abgetrieben. Dieses Azeotrop kehrt ebenfalls zum unhydrierten Butanol zurück. Bei laufendem Betrieb ist immer mit etwas feuchtem Butanolrückstand zu rechnen. Der in der Blase verbleibende Rest wird über einen Kesselwagen in die Butanol-Vorlaufkolonne wieder eingesetzt.

Beispiel:

Blasenfüllung: 44 000 l Butol-Rückstand feucht

a) 1 364 l Butanolwasser

Das in der Florentiner Flasche anfallende Butanolwasser wird in den Tank für unhydriertes Butanol, das feuchte Butanol als Rücklauf zurückgefahren.

b) 5 200 l Butanol feucht - enthält ca. 0,5% Wasser

c) 24 100 l Butanol schlecht

d) 4 800 l Hexanolvorlauf

e) 3 550 l Reinhexanol

f) 15 130 l Rückbutol

3) Butanolvorlauf I

ca. 10 Destillationen pro Jahr, Dauer der Destillation: 2 Tage, Blasenfüllung: 48 cbm. Es werden folgende Fraktionen aufgefangen:

a) Spritvorlauf - es ist ein Produkt, welches auf Zusatz von Wasser ein Öl abscheidet - 4 250 l

b) bis 80°C Sprit - Dieser wird in Hüls als Rohsprit abgegeben - 25 100 l

c) Der Blasenrückstand wird entweder als Butanolvorlauf II deklariert und die Destillation abgebrochen oder es wird noch weiter destilliert bis 87°C und dadurch 4 700 l einer Zwischenfraktion gewonnen, welche zum Butanolvorlauf I zurückgegeben wird. Der nunmehr verbleibende Rückstand wird als Butanol feucht deklariert und gemeinsam mit dem Butanolvorlauf II aufdestilliert.

4) Butanolvorlauf II

ca. 6 Destillationen pro Jahr, Dauer der Destillation 8 - 10 Tage,

Blasenfüllung:	15 130 l Butanol feucht
	9 000 l Butanolvorlauf II
	<u>16 900 l Benzol t.g.</u>
	41 030 l

Die Destillationen nehmen folgenden Verlauf:

a) Es destilliert zunächst ein ternäres Gemisch Benzol-Sprit-Wasser, welches sich in einer Florentiner Flasche disproportioniert in 2 Schichten: Benzol-Sprit mit wenig Wasser und Spritwasser mit wenig Benzol. Die Benzolschicht (Ölschicht) wird als Rücklauf in die Kolonne zurückgegeben. Die wässrige Schicht wird in einem

I. G. FARBENINDUSTRIE AKTIENGESELLSCHAFT WERK AUSCHWITZ

Bauleitung

1942

Kesselwagen gesammelt und für sich aufgearbeitet. Die Destillation wird solange fortgesetzt, bis das eingefüllte Produkt wasserfrei ist. Der Sprit wird hierbei gleichzeitig entfernt. Jewöhnlich wird nunmehr Butanolvorlauf II nachgefüllt, um die Blase auszunutzen. Falls für die weitere Destillation das zugesetzte Benzol nichtausreicht, muss auch dieses nachgefüllt werden. Insgesamt wurden bei der betrachteten Destillation 50 000 l Butanolvorlauf II in die Blase nachgefüllt. 1 650 l Benzol u.s. müssen nachgegeben werden. Dieses Auskreisen von Wasser wird bei 64 - 68° Kopftemperatur solange fortgesetzt, bis die Blase nach Entfernung von Wasser und Sprit noch ausreichend gefüllt ist.

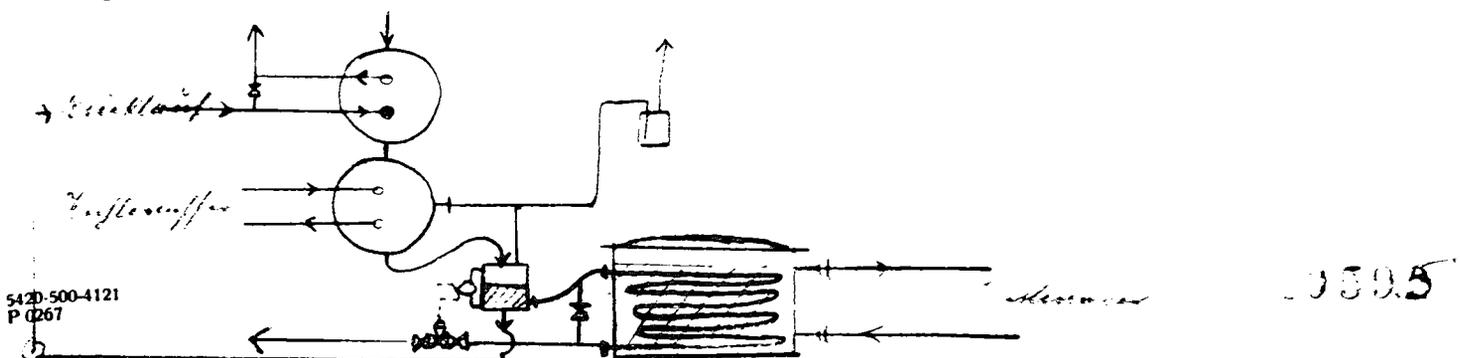
- b) von 68 - 85°C werden nunmehr 25 830 l Benzol abdestilliert
- c) von 85 - 98°C wird ein sek-Butanolvorlauf von 1 400 l abgetrennt. Er kehrt zurück zum Butanolvorlauf II
- d) von 98- 102°C destillieren 21 520 l reines sek-Butanol
- e) über 102°C wird ein n-Butanol-Zwischenlauf gewonnen, welcher im allgemeinen zum unhydrierten Butanol zurückkehrt. Reinbutanol wird bei dieser Destillation nicht abgetrennt.
- f) Der Blasenrückstand besteht im wesentlichen aus n-Butanol. Er wird zum Butanolvorlauf II zurückgegeben. Da er sehr stark verschmutzt ist, darf er nicht zum Butanol unhydriert zurückgegeben werden.

Für die Destillation werden ca. 25% des eingesetzten Butanolvorlaufes II an Benzol benötigt.

Beschreibung der Hülser diskontinuierlichen Kolonne

Die Hülser diskontinuierliche Destillationsanlage ist vollständig aus Kupfer gebaut und für Vakuum und Druck ausgelegt. Die 50 cbm große, kupferplattierte, liegende Blase ist mit 2 Wiederaufkochern ausgerüstet. Korrosionserscheinungen wurden an der Destillationsanlage nicht beobachtet. Die von Widmann, Mannheim, gelieferte Blase zeigte allerdings nach kurzer Betriebszeit einen Riß. Die Blase für die zweite diskontinuierliche Kolonne wurde deshalb bei Lanzler bestellt. Der nach Beendigung einer Destillation in der Blase verbleibende Rückstand beträgt 10 cbm. Die Wiederaufkocher aus Kupfer haben eine Heizfläche von 80 qm. Maße der Kolonne: 2500 Ø, 45 Böden, 400 Abstand. Gesamthöhe: 27.60 m. Die Kolonne für Auschwitz ist kleiner projektiert. Nach Angabe von Dr. Haag erscheint für diese kleinere Projektierung eine Blase von 50 cbm zu groß.

Das Destillat der Kolonne passiert zunächst einen Wärmeaustauscher von 50 qm und 350 l Inhalt, in welchem der Rücklauf aufgeheizt wird, hierauf einen Ginabat-Kondensator von 150 qm, aus welchem die Tauchung entfernt ist. Das Kondensat fließt hierauf in eine kleine Zwischenvorlage von 150 l Inhalt mit Standregler, aus welcher der Rücklauf gefahren wird. Die Zwischenvorlage wird nach einem Zimmermanns-Kühler von 35 qm und 660 l Inhalt entleert. Der Zimmermanns-Kühler steht also immer prall voll Flüssigkeit. Er kann durch einen Umgang ausgeschaltet werden. Der Ginabat-Kondensator und die Zwischenvorlage sind über eine Glugger-Flasche entlüftet.



Die Brüden der 2. diskontinuierlichen Kolonne passieren zunächst einen Ginabat-Kondensator ohne Tauchung und hierauf eine Kühlervorlage (Röhren-Kühler mit Standregler). Parallel zur Kühlervorlage ist ein Schlangenkühler geschaltet.

Die Projektierung der diskontinuierlichen Kolonne in Hüls wird als einwandfrei betrachtet. Der in Hüls nicht vorhandene, nach Schkopauer Vorbild für Auschwitz geplante Kurzschluß um die Kolonne wird als günstig bezeichnet.

Vorlagen

Für beide Kolonnen stehen Hüls 10 Vorlagen a 5 cbm zur Verfügung. 10 Vorlagen für Spiritprodukte, 5 Vorlagen für Butanolprodukte. 10 dieser Vorlagen sind aus Aluminium, die übrigen aus Eisen. Sämtliche Vorlagen haben keine Heizung, auch eine Berieselung ist nicht vorgesehen.

Pumpen

Für den Rücklauf stehen Hüls 5 Pumpen verschiedener Leistung zur Verfügung. Diese Anordnung hat sich sehr gut bewährt.

D. Butol-Tanklager

Im Butol-Tanklager sind folgende Tanks aufgestellt:

- 1) Rohbutol 2 x 250 cbm Eisen mit Vinoflex ausgekleidet - nicht beheizt.
- 2) Reinbutol - 4 x 100 cbm - 2 x Eisen, 2 x Aluminium - beheizt
- 3) Butolrückstand - 1 x 53 cbm - Eisen - beheizt
- 4) Rückbutol - 1 x 20 cbm - Aluminium - beheizt
- 5) Hexantriol - 1 x 40 cbm - Aluminium - beheizt
- 6) Rohspirit - 1 x 56 cbm - Eisen - nicht beheizt
- 7) Reinspirit - 2 x 56 cbm - Eisen - nicht beheizt
- 8) Spiritvorlauf - 1 x 56 cbm - Eisen - nicht beheizt
- 9) Spiritnachlauf - 1 x 56 cbm - Eisen - nicht beheizt
- 10) Acetvorlauf - 1 x 20 cbm - Aluminium - nicht beheizt
- 11) Rohbutanol - 1 x 250 cbm - Eisen mit Vinoflex ausgekleidet - beheizt
- 12) Rohbutanol hydriert - 1 x 250 cbm - Eisen mit Vinoflex ausgekleidet - beheizt
- 13) Butanolvorlauf - 1 x 56 cbm - Eisen - nicht beheizt
- 14) Butanolwasser - 1 x 56 cbm - Aluminium - beheizt
- 15) Reinbutanol - 1 x 56 cbm - Aluminium - nicht beheizt
- 16) Butanolrückstand - 1 x 56 cbm - Eisen - nicht beheizt
- 17) Hexanol - 1 x 40 cbm - Aluminium - nicht beheizt
- 18) Schwefelsäure 72% - 1 x 20 cbm - Eisen
- 19) Kalilauge 50% - 1 x 20 cbm - Eisen - beheizt

E. Verkaufstanklager

- 1) Reinsprit - 2 x 250 cbm - Eisen - heizbar
- 2) Reinbutanol - 1 x 400 cbm - Aluminium - nicht beneizt

An Ausgängen aus dem Tanklager werden mit Ovalradzähler gemessen:

Reinbutol
Sprit
Rohbutanol
Reinbutanol.

also sämtliche Produkte, die an Fremdbetriebe abgegeben werden.

In der Pumpenstube stehen nur die Säure- und Lauge-Pumpen in Fassen. Die Belüftung des geschlossenen Pumpenraumes erfolgt durch 2 Ventilatoren, welche Frischluft in den Raum drücken. Die Frischluft kann geneizt werden.

F. Feuerschutz

Ein besonderer Aufwand für Feuerlöscheinrichtungen konnte nicht festgestellt werden. Im Betrieb sind eine Feuerlöschringleitung und die üblichen einfachen Feuerlöschgeräte vorhanden. Der Boden des Pumpenhauses hat ein schwaches Gefälle zum Abwasserkanal. Auffangtassen unter den Kolonnen sind nicht vorhanden, ebensowenig eine Katastrophengrube. Als Sicherung des Betriebes bei Fliegerangriffen ist in die Hauptzuleitung der Luft für die Reduzierstationen der Regler ein Ventil eingebaut, welches mit einem Handgriff geschlossen werden kann. Bei Ausfall der Luft für die Regler schließen sämtliche Ventile und sämtliche Energien fallen aus.

G. Analysen

1) Rohbutol (Destillationsanalyse)

Sprit:	1.10 %
Wasser:	1.30 %
Butol:	70.07 %
Butanol:	2.2 %
höhere Alkohole:	1.70 %
Rückstand:	1.1 %
	<u>100.00 %</u>

2) Reinbutol (99.1%)

Acetaldehyd:	0.08 %	Siedeintervall: 4.5°C
Acetale:	0.16 %	
Ester:	0.14 %	10 ⁻⁴ = 0.006
Croton	0.19 %	
Wasser:	0.33 %	
	<u>100.00 %</u>	

3) Rückbutol (66%)

Acetaldehyd:	.27 %	ni: . . .
Acetale:	.54 %	100° = 1.004
Ester:	.10 %	
Croton	.16 %	Wiederintervall
Wasser:	.37 %	
Rückstand:	<u>0.75 %</u>	
	3.09 %	

4) Rohsprit

Acetaldehyd:	.63 %	Wiederanalyse:
Acetale:	.63 %	1.4 % Sprit
Ester:	.07 %	0 % Wasser
Crotonaldehyd:	.18 %	0 % Butanol
Amine:	.00 %	
Wasser:	<u>.30 %</u>	100° = 0.810
	71 %	

5) Rohbutanol (73%)

Acetaldehyd:	.26 %	Wiederanalyse:
Acetale:	.04 %	1.9 % Sprit
Ester:	.05 %	3.4 % Wasser
Croton	.18 %	12.9 % Butanol
Wasser:	<u>3.60 %</u>	1.8 % höh. Alk.
	74.3 %	100.00%

6) Reinbutanol (99.3%)

Butyr:	.06 %	100° = 0.806
Acetale:	.07 %	
Ester:	.04 %	
Croton:	.01 %	
Wasser:	<u>.03 %</u>	
	.21 %	

H. Belegschaft

1 Betriebsführer	pro Schicht:	Schichtmeister
1 Betriebsassistent		Postenmann
1 Betriebsmeister		2 Kolonnenfahrer
1 Zweitmeister		(für jede Kol. Fahrer)
1 Betriebsschreiber		Pumpenwärter
1 Postenmann für Tanklager		Tankwärter
3 Tagesarbeiter (Jungens)		Mann Reserve
1 Putzfrau		
2 Laboranten		
4 Laborjungens		

J. Nebenräume

Die Einrichtung der sozialen Räume ist in Hülls sowohl in der Butol-Destillation als auch in der Aldol-Hydrierung vorbildlich gelöst. Es sind vorhanden:

- 1 Meisterzimmer
- 1 Zimmer für den Betriebsschreiber
- 1 Aufenthaltsraum
- 1 Toilette für 3 Personen
- 1 Raum für Wärmeschränke

Der letztere Raum war ursprünglich als Schichtmeister-Zimmer gedacht. Da das Fenster aber zum Betrieb geht, ist das Zimmer dunkel und als Schreibzimmer ungeeignet. Es wurde deshalb ein besonderes Zimmer für den Schichtmeister auf der anderen Seite der Butol-Destillation eingerichtet.

	Butol- vorlauf- Kolonne 1.	Sprit- Kolonne 2.	Butol- entwässerg. Kolonne 3.	Reinbutol- Kolonne 4.	Butanol- vorlauf- Kolonne A.	Butanol- entwässerg Kolonne B.	Rein- butanol- Kolonne C.
A. Stoffbilanz							
Kolonneneinsatz	10 500 l/h	1 515	8 600	6 720	1 000	925	705
Kolonneneinsatz	10 450 kg/h	1 310	8 800	6 800	850	784	572
Spez.Gew. des Einsatzes	0.995/25°	0.865/20°	1.022/20°	1.012/20°	0.850/20°	0.847/20°	0.811/20°
Destillatabgabe E	1 515 l/h	510	2 020	6 770	79	218	635
Destillatabgabe E	1 310 kg/h	410	2 000	6 684	86	212	513
Spez.Gew. des Destillats	0.865/25°	0.805/20°	0.990/20°	0.988/20°	0.838/20°	0.974/20°	0.808/20°
Sumpfabgabe	8 600 l/h	(1)	6 720	} 3)	925	705	68
Sumpfabgabe	8 800 kg/h		6 800		784	572	58
Spez.Gew. des Sumpfes	1.022/20°		1.012/20°		0.847/20°	0.811/20°	0.850/20°
Rücklauf F	1 160 l/h	6 460	420	4 455	835	1 030	1 838
Rücklauf F	1 000 kg/h	5 200	416	4 400	700	1 000	1 485
Rücklaufverhältnis F/E - v	0.76	10.2)	0.21	0.66	10.60	4.70	2.90
B							
Temperatur (°C)							
Produktübergang Kolonne	117	97	155	172	135	102	110
Wiederaufkoher Übergang	87	79	33	181	81	90	118
Kolonnenkopf Übergang	114	96	152	177	92	120	136
Kolonnensumpf	14	14	14	14	14	14	14
Kondensator-Kühlwasser	50	50	26	50	50	48	45
" "							
Austrag							
C							
Druck mm Hg							
Kolonnenkopf	65	55	40	13	5	60	70
Kolonnensumpf	75	140	90-120	90	60	60	50
Differenzdruck							

1) Rohbauarbeiten: 75% I h 650 kg/h, 812 Gew. 0 000 00
II Putzarbeiten: 100% I h 1000 kg/h, 812 Gew. 0 000 00

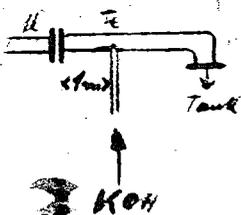
2) ... 2.0 ... 3.0 ...

11.11.11

Destillation

Butol-Destillation:

Das Rohbutol wird von der Hydrierung mit einem pH = 4,5 geliefert und wird im Tanklager der Butoldestillation gelagert. Da eiserne Lagertanks benutzt werden, muß das Rohbutol vor Eintritt in den Tank mit Lauge versetzt werden. Dies erfolgt durch Einspritzen von KOH mittels Schwinghebeln in die Rohbutolleitung kurz vor Eintritt in den Tank (Einspritzmenge ca. 100 g KOH pro cbm Rohbutol). Eine Kontrolle der Dosierung erfolgt nicht, denn es hat sich herausgestellt, daß die Produktion so gleichmäßig läuft, daß während eines ganzen Jahres Abweichungen von dem erwünschten pH nicht aufgetreten sind. Das Rohbutol wird in einer Aluminium-Leitung gefördert. Etwa 1 m vor dem Einspritz-Stutzen muss mit einer Eisenleitung begonnen werden (evtl. phenyltaktiviert), da KOH Aluminium zerstört. Der Rohbutol-Tank wird in Schkopau nicht geheizt.



Butol-Vorlaufkolonne:

Vom Tanklager wird unmittelbar über einen Vorwärmer (später Wärmeaustausch mit den Brüden der Reinbutol-Kolonnen) in die erste Kolonne gefahren. Die Aufgabe erfolgt bei 30 Böden zweckmäßig auf den 20. Boden. Die Destillation verläuft normal. Die einzige Schwierigkeit besteht darin, daß das Rohbutol aus der Hydrierung Kieselsäure mitführt, welche sich an kalten Stellen der Butol-Vorlaufkolonne in schlammiger Form (läßt sich leicht ausspülen) und an heißen Stellen als feste Krusten niederschlägt. Filtrationsversuche vor Eingang in die Kolonne sind ohne Erfolg gewesen und unterbleiben in Schkopau. Das Filter verstopfte nach kurzer Zeit ohne einen nennenswerten Belag aufzuweisen. Die Kieselsäure tritt in größerem Umfang nach Anfahren einer neuen Hydrierkammer auf und nimmt dann allmählich ab. Um einer zu schnellen Verkieselung, insbesondere des Wiederaufkochers der ersten Kolonne zu begegnen, ist vor das Filter des Ovalradmessers ein als Filter ausgebildetes Sieb eingeschaltet. Beide Filter müssen nach Anfahren einer neuen Hydrierkammer häufiger gereinigt werden. Da die Verkieselung besonders im Wiederaufkocher auftritt, muss dieser unbedingt doppelt vorhanden sein, auch wenn eine Umschaltung normalerweise erst nach ungefähr 6 Monaten notwendig ist. Eine Verkieselung der Glockenböden tritt nicht auf. Die Zusammensetzung des Rohbutols ist etwa folgende:

62%	Butol 100%
25%	Wasser
5%	Sprit
4%	Rohbutanol
4%	Rückstand

Die Menge des Rohbutanols wechselt sehr stark und hängt sehr vom Gang der Hydrierung ab. Alte Hydrierkammern liefern viel Butanol, auch CO-reiches Kreisgas gibt Anlass zu erhöhter Produktion von Butanol.

Die Destillation wird so geleitet, daß in der Butol-Vorlaufkolonne möglichst viel Wasser mit über Kopf destilliert.

Die Brüden sollen folgende Zusammensetzung haben:

20% Sprit	vom Einsatz:	5% Wasser
16% Rohbutanol		3% Sprit
<u>64% Wasser</u>		<u>5% Rohbutanol</u>
100%		

Die Destillation muss mit Sorgfalt so geführt werden, daß der Wassergehalt von 60 - 65% im Destillat unbedingt eingehalten wird. Dies ist deshalb notwendig, weil Hexanol mit ausgetrieben werden soll, welches andernfalls verloren gehen würde. Hexanol siedet in der Gegend von Wasser. Der Rücklauf der Rohbutol-Kolonnen ist 0.1 - 0.2 - fach.

Die Brüden werden in einem Ginabat kondensiert. Dieser ist in Schkopau zu groß gewählt worden, um die Temperatur des Kühlwassers bis 10°C auszurahren und vor allem um das Kondensat nicht unter 10°C abzukühlen, da dieses sofort weiter destilliert werden soll, hat Schkopau etwa die Hälfte der Länge des Kondensators mit Holzstopfen verschlossen.

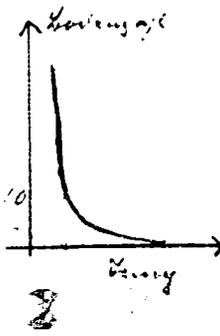
Der Kolonnensumpf hat etwa folgende Zusammensetzung:

83% Butol	vom Einsatz:	5% Butol
12% Wasser		3% Wasser
<u>5% Rückstand</u>		<u>1% Rückstand</u>
100%		

Entwässerungskolonnen:

Der Sumpf der ersten Kolonne wird auf den 10. - 11. Boden der 50 böiligen Entwässerungskolonnen gepumpt. Die Zwischenschaltung eines Vorwärmers ist nicht erforderlich. Um die vollständige Entwässerung des Butols zu erreichen, muß im Sumpf der Kolonne bis zur Siedetemperatur des Butols aufgeheizt werden. Um nun nicht auf 242°C heizen zu müssen, einer Temperatur, welche bereits zur teilweisen Zersetzung des Butols führen würde, wird die Entwässerungskolonnen mit Vakuum betrieben. Ein Vakuum von 100 mm reicht vollkommen aus. Das Vakuum wird durch eine Elmopumpe erzeugt (kein Dampfstrahler) und durch richtige Kühlwasser-Beaufschlagung des Kondensators ausreichend erhalten. Das Butol siedet bis etwa zum 3.-4. Boden. Auf dem 10. Boden ist bereits die Siedetemperatur des reinen Wassers bei dem gegebenen Druck erreicht. Die Temperatur fällt innerhalb der Kolonne also sehr schnell ab. Die Bodenzahl dieser Kolonne ist erheblich zu groß gewählt. Da ausserdem mit nur geringem Rücklauf gefahren wird (0.1 - 0.2 - fach), steht nur dem obersten Boden keine Flüssigkeit mehr. Diese Böden sind also nicht ausgenutzt und laufen durch die Sickerlöcher beständig leer (Sickerlöcher dieser Kolonne nicht zu groß wählen).

Das Rohbutol enthält mit Wasserdampf flüchtige Aldehyde und Säuren, sodaß im Kondensator Korrosionen auftreten. Diese sind aber nicht so erheblich, daß es gerechtfertigt erscheint, den Kondensator aus korrosionsfestem Material zu bauen. Die Entwässerungskolonnen wird nicht mit dem Kondensat, sondern mit Kondenswasser aus eigener Fabrikation belüftet. Auch hier stört etwas, daß der Schkopauer Dampf schwach alkalisch ist (2 mg NH_3 / t Dampf). Das zur Belüftung auf die Kolonne gefahrene Kondenswasser wird mit einer Wasseruhr gemessen. Ebenso wird das Kondensatwasser der Kolonne mit der Wasseruhr



I. G. FARBENINDUSTRIE AKTIENGESELLSCHAFT WERK AUSCHWITZ

Bauleitung

ant

...42

gemessen. Es kann deshalb nicht zur Selutterung verwandt werden, weil es Aldehyde in besonderen Crotonaldehyd enthält, welches zur Verharzung der Kolonne führen würde. Das Kondensat der Wasserkolonne hat einen ziemlich hohen Permanganat-Wert und kann deshalb nicht in den Abwasserkanal geführt werden. Es wird in Schkopau auf die Schlackenhalde gepumpt. Die hierzu benutzte Leitung braucht nicht gereinigt zu werden, da das Wasser 10° warm anfällt.

Für den Kolonnensumpf der Entwässerungskolonne ist in Schkopau eine Umwälzpumpe eingebaut, welche aber selten gefahren wird. Schkopau schlägt trotzdem vor, sie vorzusehen und auch möglichst groß auszulegen, da durch schnelle Umwälzung der Wärmeübergang im Niederaufkocher erheblich gesteigert wird. (Leistung der Schkopauer Umwälzpumpe: 50 com/n bei 15 com Sumpf).

Im Sumpf der Kolonne II verbleiben

vom Einsatz:	62% Butol	4% Butol
	<u>4% Rückstand</u>	<u>4% Rückstand</u>
	66%	8%

Reinbutol-Kolonne:

Der Sumpf der Entwässerungskolonne wird ohne einen Vorwärmer zu passieren aus dem Vakuum auf den 10. - 15. Boden der 80.-öddigen Reinbutol-Kolonne ca. 15 m hoch - gedrückt. Diese Leistung stellt große Anforderungen an die Pumpe. Schkopau benutzt eine selbstansaugende Pumpe, hat als Reserve aber eine I.G.S.-Pumpe, welche das gleiche leistet. In beiden Fällen wird bei Abreißen des Flüssigkeitsstromes so verfahren, daß über einen Umgang in den Kolonnensumpf der Entwässerungskolonne gedrückt wird, bis die Pumpe sich selbst unter Vakuum gestellt hat. Es müssen bei diesen Pumpen Undichtigkeiten aufs peinlichste vermieden werden.

Die I.G.S.-Pumpen haben sich in Schkopau in der Butol-Destillation für alle Zwecke sehr bewährt. Sie laufen z.B. im Vierteljahr ohne Unterbrechung. Die Förderpumpe von Entwässerungskolonne zur Reinbutol-Kolonne muß so dimensioniert werden, daß die Saugseite größer als die Druckseite ausgelegt wird, da vom Vakuum gegen einen Druck gearbeitet werden muß.

Die Reinbutolkolonne ist ebenfalls eine Vakuum-Kolonne (Kopf 15 mm, Sumpf 170 mm Hg). Das Vakuum wird durch eine Elmpumpe und einen Dampfstrahler erzeugt. Die im Butolteil verwandten Elmpumpen müssen unbedingt säurefest sein, da die abgesaugten Brüden sauer sind. Unbedingt haltbar sind WPA-Pumpen. Es genügt aber auch ein Chromstahl mit einem Mindestgehalt von 15% Chrom. Sehr gut ist auch Remanit 610 S. Gewöhnlicher Stahlguß ist völlig unbrauchbar. Ebenso wird Chromstahlguß mit einem Chromgehalt unter 15% schnell korrodiert. Sowohl Läufer als auch Gehäuse müssen aus gleichem Material sein. Pumpen aus gewöhnlichem Fußstahl sind nach einem Jahr völlig zerfressen, wenn sie nicht schon vorher ausfallen. Die stark angreifende Säure ist wahrscheinlich die Crotonsäure (Schkopau benutzt für Korrosionsversuche stets Crotonsäure, da sie das Betriebsbild sehr gut wiedergibt). Wegen der sauren und Brüden darf die Elmpumpe nur mit Frischwasser, auf keinen Fall mit Umlaufwasser betrieben werden. Im Sumpf der Reinbutolkolonne verbleibt ein Rückstand, welcher noch ca. 25 - 30% Butol enthält. z.B.:

27% Butol	vom Einsatz:	25% Butol
<u>73% Rückstand</u>		<u>25% Rückstand</u>
100%		50%

I. G. FARBENINDUSTRIE AKTIENGESELLSCHAFT WERK AUSCHWITZ

Bauleitung

1942

Von dem eingesetzten Rohbutol werden also ca. 80% als Reinbutol gewonnen.
Die Temperaturen in der Reinbutol-Kolonne sind:

Kopf: 24°
Sumpf: 75°
Rücklauf v = 0.3

Der Rückstand kann nicht weiter von Butol befreit werden, weil hier zur Verfügung stehende Dampfdruck höhere Temperaturen nicht zulässt. Der Sumpf wird über einen Ovalradmesser mit einer Kolbenpumpe diskontinuierlich ausgetragen und ins Tanklager gefördert. Die Mengenummessung mit Ovalradzähler hat sich sehr gut bewährt. Der Messer muss aber für höhere Temperaturen angefordert werden (da die Normal-Ovalradmesser nur Temperaturen bis 50°C - der normalen Kondensat-Temperatur - zulassen, wird empfohlen, für die Destillation ganz allgemein Ovalradmesser für höhere Temperaturen zu bestellen). Der Rückstand ist sehr sauer, in der Kälte stark alkalisch und sehr salzhaltig. Alle Butol-Rückstand-Leitungen müssen deshalb mit Dampf beheizt werden und täglich einmal mit Kondenswasser ausgeblasen werden weil sie sonst verstopfen. Ausserdem muss hier Kolonnensumpf Reserveabgänge haben. Der Rückstand lässt sich sehr gut mit Kolbenpumpen fördern. Zwischen Ovalradmesser und Pumpe muss aber ein Puffertopf geschaltet werden. In Schkopau ist auf den Puffertopf ein gewichtbelastetes Sicherheitsventil angebracht. Diese Anordnung hat den Vorteil, daß das Sicherheitsventil sich im Gasraum befindet und nicht verschmutzt, während Sicherheitsventile im Flüssigkeitsstrom schneller verharzen und nicht mehr arbeiten.

Trotzdem der Sumpf der Reinbutol-Kolonne stark alkalisch ist, zeigt der Wiederaufkocher und der Kolonnensumpf starke Korrosionsschäden. Diese Erscheinung ist dadurch zu erklären, daß das pH des Rückstandes in der Kälte gemessen wird. Bei der Temperatur im Kolonnensumpf sind die alkalischen Salze der organischen Säuren weitgehend dissoziiert. Das pH verschiebt sich in der Wärme also nach der sauren Seite. Als Werkstoff für den Verdampfer kommt deshalb nur Remanit in Frage. Auch der Kolonnensumpf muss mit Remanit ausgekleidet sein. Die Korrosionsschäden erreichen knapp den ersten Glockenboden, dessen Unterseite noch schwach angegriffen wird. Diese Schäden können aber unberücksichtigt bleiben.

Der Kolonnensumpf der Reinbutol-Kolonne wird durch eine Umwälzpumpe beständig umgewälzt. Als Werkstoff für die Umwälzpumpe ist ebenfalls Remanit verwandt. (Umwälzleistung 500 cm³/h) Die Umwälzleitungen können aus Eisen sein, da sie leicht ersetzt werden können. Es ist aber notwendig, in die Leitungen Kompensatoren einzubauen. Die nach innen gekrümmten Bögen dieser Kompensatoren zeigen in Schkopau einen starken Abrieb und Korrosionsschäden. Mit gutem Erfolg wurde deshalb in Schkopau ein Einsatzrohr aus Kupfer in die Kompensatoren eingeführt.

Das über Kopf der 3. Kolonne destillierte Reinbutol wird in einem Einabatkondensator kondensiert und nicht unter 40 - 50° gekühlt (wichtig für Berechnung der Kühlfläche des Wärmeaustauschers), da bei Weiterabkühlung die Förderung des Reinbutols Schwierigkeiten bereitet. Das Reinbutol wird in geheizter Leitung in das Tanklager der Butadienfabrik gepumpt. Die Lagertanks sind mit Heizung versehen. Die Messung des ausgehenden Reinbutols erfolgt mit Ovalradmessern mit vorgeschaltetem Windkessel, damit keine Gase mitgemessen werden.

Heizdampf:

Im Butolteil sind alle Kolonnen mit 2 Wiederaufkochern versehen. Die Wiederaufkocher werden mit Hochdruckdampf beheizt. Der Wiederaufkocher der Butol-Vorlaufkolonne könnte auch mit Niederdruckdampf beheizt werden, aber bereits nach kurzer Zeit wird hier der Wärmeübergang infolge Verkieselung so schlecht, daß die Einhaltung der Sumpftemperatur mit Niederdruckdampf nicht mehr möglich ist. Es wird deshalb auch hier Hochdruckdampf benutzt und der Dampfdruck, welcher notwendig ist, um die geforderte Sumpftemperatur einzuhalten, wird als Maß für den Grad der Verkieselung gewertet. Die Verkieselung erreicht einen solchen Umfang, daß schließlich der gesamte Druck des Hochdruckdampfes ausgenutzt werden muss.

Der Dampfdruck in den Wiederaufkochern wird, abgesehen von der Butol-Vorlaufkolonne mit GST-Reglern mit Temperaturfühlern geregelt. Wegen der Betriebssicherheit dieser Regler hat Schkopau nichts einzuwenden. Im Sprit-Teil bewähren sie sich sehr gut. Im Butol-Teil wird nach der Brüdenzusammensetzung gefahren d.h. es wird weniger Wert auf konstante Temperaturen, umso mehr aber auf konstante Brüdenzusammensetzung gelegt. Da die Brüdenzusammensetzung wechselt, wird hier der Dampfdruck besser von Hand geregelt. Beim Anfahren der Kolonne werden die Temperaturregler auf alle Fälle abgeschaltet, da die Kolonne nicht zu schnell angefahren werden darf.

Der Temperaturfühler des Reglers ist mit einer Meßflüssigkeit gefüllt, welche auf ein Bourdon-Rohr wirkt. Dieses steuert die Stickstoff-Drossel. Es wird davor gewarnt, mit reduzierter Luft anstatt mit reduziertem Stickstoff zu arbeiten, da die Druckluft immer etwas feucht sein soll.

Standregler:

GST-Standregler haben sich in Schkopau gut bewährt. Der Flüssigkeitsstand in der Reinbutol-Kolonne wird nicht geregelt, da der Schwimmer infolge der großen Zähigkeit des Sumpfinhaltes nicht richtig arbeitet. Ausserdem wurde bei Versagen des Überström- und Sicherheitsventils die Kolbenpumpe die Leitungen zerstören. Der Rückstand dieser Kolonne wird deshalb diskontinuierlich ausgetragen und die Standhaltung von Hand ausgeführt.

Dampfgeschwindigkeit:

Die Dampfgeschwindigkeit in der ersten und zweiten Kolonne ist normal. Die Dampfgeschwindigkeit in der Butolkolonne ist sehr gross und beträgt bis zu 4 m/sec bei der augenblicklichen starken Belastung (17 cbm/h einschließlich Rücklauf)

Die beiden Vakuum-Kolonnen sind mit einer Sicherheitstauchung versehen, welche in Schkopau bisher aber nicht angesprochen hat.

Mengenmessung:

Es wird lediglich der Eingang von Rohbutol u von allen Produkten, welche ins Tanklager bzw. an andere Betriebe abgegeben werden, mit Ovalradzählern gemessen. Alle übrigen Messungen werden mit Meßdrosseln durchgeführt. Die Ovalradzähler haben sich in der Destillation durchaus bewährt.

Pumpen:

Sämtliche Pumpen werden mit Butol geschmiert. Das hat sich gut bewährt. Allerdings muss das Butol möglichst wasserfrei sein, da größere Wassermengen im Butol zu Zerstörungen des Schmierfilmes führen. Für die 2 Kolonnen stehen in Schkopau 3 Pumpen zur Verfügung. Eine größere Reserve ist nach Schkopauer Angaben nicht erforderlich.

Druckstickstoff:

Der Stickstoff für die Belüftung wird mit Allo-Regler auf 300 mm Druck geregelt. Der Regler ist etwas empfindlich und muss unbedingt vor Witterungseinflüssen geschützt, also unter Dach aufgestellt werden. Die Inertgas-Entlüftung der Kondensatoren gegenüber einen Slubbtopf, welcher mit Butolwasser gefüllt ist. Der an dieser Stelle in Schkopau angeschlossene Luftkühler zeigte keinen Effekt und kann fortfallen.

Betriebskontrolle:

Auf der Meßtafel sind angebracht:

- 1) Kolonnendruckmessung: 3 Hg-Manometer für Kopf-, Sumpf- und Differenzdruck. Damit im Manometer keine Flüssigkeit kondensiert, sind an den Tiefpunkten Flüssigkeitsabscheider in die Messleitungen einzubauen, welche häufig kontrolliert werden müssen. Außerdem ist es notwendig, beständig einen schwachen Stickstoff-Strom in die Leitungen einzublauen. Der Stickstoff-Strom darf natürlich nicht so stark sein, daB der auftretende Druck die Messungen fälscht. Es wird empfohlen, an vielen Stellen der Kolonne Druckstutzen anzubringen, damit der Druck an Ort und Stelle überwacht werden kann.
- 2) Temperaturmessung: durch Wahlkontakt
- 3) Temperaturschreiber für wichtigste Temperaturen
- 4) Messung des Zulaufs zur Kolonne mittels Messdrossel, Ringwaage und Schreibgerät.
- 5) Messung des Rücklaufs mit Messdrossel und Ringwaage Durchflussmesser ohne Zählwerk (dazu Bedienungsventil)
- 6) Messung des Kühlwassers mit Messdrossel und Ringwaage Durchflussmesser ohne Zählwerk, dazu Bedienungsventil
- 7) Messung der Destillat-Abgabe mit Messdrossel und Ringwaage Durchflussmesser ohne Zählwerk
- 8) Messung des Sumpfabganges mit Messdrossel und Ringwaage Durchflussmesser ohne Zählwerk
- 9) GST-Regler des Dampfdruckes im Niederauflöcher. Dazu das Dampfbedienungsventil.
- 10) Alarm für Energien: Hupen und Lichtsignale bei Ausfall von
 - a) Dampf
 - b) Strom
 - c) Kühlwasser
 - d) Stickstoff

II. Spritdestillation:

Der Butolvorlauf wird in der Spritdestillation weiter aufgearbeitet. Es wird hier als Hauptanteil ein Sprit von Monopolqualität und Rohbutanol gewonnen. Der Vorlauf enthält noch geringe Mengen Acetaldehyd und höhere Aldehyde (besonderen Butyraldehyd), welche abgetrennt werden müssen, da die Monopolverwaltung eine Spritqualität verlangt, welche einen Gehalt von weniger als 0.01% Aldehyd aufweist. Die Abtrennung der Aldehyde erfolgt in einer Spritvorlaufkolonne, im alkalischen Druckverkocher und einer Raschig-Ringsäule. Der Spritvorlauf enthält ausserdem noch Amine, welche ebenfalls vor Eingang in die Reinsprit-Kolonnen entfernt werden müssen. Die Amine stammen aus dem Hydrierkontakt, welcher aus Kupferammoniaksalzen hergestellt ist. Zur Abtreibung der Amine wird das Produkt vor Eingang in die Sprit-Vorlauf-Kolonnen mit ca. 31/h NaOH 20%ig versetzt. Die Natronlauge wird mit Schwinghebelpumpen unmittelbar in die Leitung eingedrückt. Die Durchmischung in der Leitung ist eine vollständige.

Als Vorratsgefäß für die 20%ige Lauge wird in Schkopau ein 200 l - Gefäß benutzt, in welchem die 20%ige Lauge eingestellt wird. Da 50%ige Lauge bei tiefen Aussentemperaturen kristallisiert, wird in Schkopau eine ungefähr 20%ige Lauge gelagert. Sie wird nur ungefähr eingestellt dadurch, daß dem Atznatronbetrieb ein Kesselwagen geliefert wird, welcher etwa zur Hälfte mit Wasser gefüllt ist. Dieser Kesselwagen wird im Atznatronbetrieb mit 50%iger Lauge vollgefüllt. Es wird so eine lagerfähige Natronlauge von nahezu tiefstem Gefrierpunkt erhalten. Die Einstellung der Konzentration der Natronlauge mit tiefstem Gefrierpunkt muss einigermaßen genau vorgenommen werden, um eine Beheizung der Lagerbehälter zu vermeiden. Lagerbehälter zum Lagern von 50%iger Natronlauge müssen unbedingt beheizt werden. Auch das 200 l-Gefäß zur Dosierung der Natronlauge ist in Schkopau nicht beheizt.

Schwefelsäure wird in Schkopau in Form von 6%iger Säure in Eisenbehältern gelagert. Bei dieser Konzentration wird Eisen in der Kälte noch nicht angegriffen. Ausserdem hat diese Säure einen so tiefen Gefrierpunkt, daß auch Lagertanks mit solcher Säure nicht beheizt zu werden brauchen.

Sprit-Vorlaufkolonne:

Der schwach alkalische Butolvorlauf wird nach Passieren eines Vorwärmers mit einer Temperatur von ca. 70° C auf den 50. Boden der 60-bödigigen Sprit-Vorlauf-Kolonnen eingefahren. Die Kolonne wird ausgesprochen nach dem Destillat gefahren, und zwar wird durch laufende Bestimmungen sichergestellt, daß das Destillat ca. 25% Acetaldehyd und 75% Sprit enthält. Auf die Temperaturen wird wenig Rücksicht genommen. Das Destillat enthält noch 200 - 300 mg/l Ammoniak oder Amine. Daneben ausserdem kleine Mengen Hexan und Äther und wahrscheinlich auch Spuren Butyraldehyd. Die Gesamtmenge des Destillats dieser Kolonne macht etwa 1% des eingefahrenen Butolvorlaufes aus. Es wird deshalb mit 20 - 30-fachem Rücklauf gefahren. Die Destillation wird so durchgeführt, daß wegen der geringen anfallenden Menge das Destillat beständig im Kreise gefahren wird. Alle 2 - 3 Tage wird eine kleine Menge Destillat aus der Vorlage abgezogen.

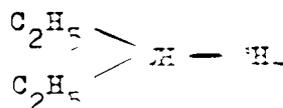
Als Baumaterial für die Kolonne wird Eisen benutzt. Auch Leitrohr und Vorlage können aus Eisen sein. Nur die Pumpe zur Förderung des Rücklaufes muß essigsäurefest sein. Während die Leitungen für diesen Vorlauf nicht geschützt sind, ist es dagegen erforderlich, den Vorrattank für diesen Vorlauf im Tanklager zu phenyltalieren oder aus Aluminium zu erstellen, da das Produkt in der Hydrierung nachhydriert wird und die Hydrierung größte Schwierigkeiten hat, wenn der Spritvorlauf eisenhaltig ist. Eisenhaltige Produkte werden in Schkopau deshalb grundsätzlich von der Hydrierung nicht abgenommen. Sie müssen zunächst durch Destillation in der diskontinuierlichen Kolonne eisenfrei destilliert werden.

Für die anfallenden niederen Alkohole können auch Oppanol ausgekleidete Tanks benutzt werden (z.B. auch für Butanol). Eine Oppanol-Auskleidung der Lagerbehälter für Hexanol ist dagegen ungeeignet, da Oppanol in Hexanol quillt. Die Vorlage für die Sprit-Vorlauf-Kolonne ist ca. 30 cm groß. Der Sumpf der Sprit-Vorlauf-Kolonne läuft ohne Pumpen in ein Rührgefäß, welches auf die Sprit-Vorlauf-Kolonne entlüftet ist.

Im Sommer wird die Sprit-Vorlauf-Kolonne unter geringem Druck gefahren (bis 0.7 atü), um Acetaldehyd-Verluste zu vermeiden. Das Fahren dieser Kolonne unter Druck hat in Schkopau anfangs große Schwierigkeiten bereitet. Der Druck wurde durch einen Regler gehalten, welcher aber häufig versagte. Neuerdings wird die Entspannung durch ein Ventil im Bedienungsstand von Hand betätigt. Dieses Ventil wird so eingestellt, daß der Druck konstant gehalten wird. Der Druck und die Abgasmenge werden im Bedienungsstand durch ein Schreibgerät ständig aufgeschrieben.

Aufarbeitung des Sprit-Vorlaufes:

Der Sprit-Vorlauf wird zunächst nachhydriert. Hierauf wird er sauer gestellt und destilliert. Die Amine bleiben bei der Destillation zurück. Neben der Hauptmenge Sprit wird bei dieser Destillation noch ein kleiner Hexan-Vorlauf erhalten. Der gewonnene Sprit wird in die Destillation zurückgegeben. Es ist nicht möglich, den nachhydrierten Spritvorlauf unmittelbar in die Sprit-Destillation zurückzugeben, da sich sonst Hexan anreichern würde. Das Hexan hat die Zusammensetzung des Hexanols:



Alkalischer Verkocher:

Der Sumpf der Sprit-Vorlauf-Kolonne enthält noch ca. 0.1% Butyraldehyd, berechnet auf die Gesamtmenge des Sumpfes. Dieser Aldehyd ist durch Destillation nicht zu entfernen. Da die Monopolverwaltung im Bezug auf Aldehyd-Freiheit aber hohe Anforderungen stellt, muss zu seiner Entfernung ein anderer Weg gewählt werden. Der Kolonnensumpf läuft mit einer Temperatur von ca. 85° über ein Membranventil in ein eisernes, unbeneiztes Rührgefäß, in welches mit einer Zahnradpumpe über einen Ovalradmesser sowie 20%ige Natronlauge eingefahren wird, daß der Inhalt des Rührgefäßes 2% Natronlauge enthält. Das Rührgefäß ist etwa 1 - 2 cbm groß. Die Verweilzeit beträgt 1/4 Stunden. (?) Schkopau hat mit der Zahnradpumpe große Schwierigkeiten gehabt. Die Zähne waren infolge Laugekorrosion beständig beschädigt.

und Trocknung im Vakuum lager- und versandfähig. Die Dosierung der Phosphorsäure erfolgt durch Schwinghebelpumpen. Die Neutralisation und Bildung der erwünschten Salzmischung wird laufend genau überwacht durch Tropfproben mit Bromkresolpurpur. Die Neutralisation ist richtig, wenn der Farbumschlag des Indikators genau ein $p_H=6$ anzeigt, wobei zu berücksichtigen ist, daß es sich hier nur um ein scheinbares $p_H=6$ handelt, denn die Dissoziation in der nur 1,5 - 1,6 % Wasser enthaltenden organischen Lösung ist gering. Das wahre p_H scheint bei ungefähr 8 zu liegen.

Das neutralisierte Rohaldol läuft aus dem Neutralisationsgefäß kontinuierlich in ein benachbartes Verweilgefäß über, wo die Reaktionsmischung Zeit zur Kristallisation des Salzes hat. Das Verweilgefäß ist mit Rührer ausgerüstet. Von da fließt das Produkt ~~Zentrifugen~~ zum Abschleudern des Phosphorsalzes zu. Jede Zentrifuge wird nach etwa 3 - 5 Stunden Betriebsdauer aus dem kontinuierlichen Flusse herausgenommen - inzwischen wird eine neue gereinigte Zentrifuge eingefahren - und vom abgeschleuderten Salz befreit werden. Nach der Zentrifuge, deren Ablauf durch ein Schauglas und eine nephelometrische Kontrollmessung (mit Alarm) jederzeit auf Klarheit geprüft werden kann, passiert das Rohaldol auf seinem Weg zum Tanklager der Reihe nach einen $6 m^3$ großen Zwischentank - auch hier erfolgt noch nachträglich Salzabscheidung -, ein Scheiblerfilter und einen weiteren $6 m^3$ Zwischentank. Im Rohaldoltanklager wird es dann kurz gelagert. Selbst hier erfolgt noch eine geringfügige Kristallisation.

Die Werkstoffe der Aldolfabrik sind Eisen für den Aldolisator und alle mit Lauge in Berührung kommende Armaturen, V2A oder phenytlisiertes Eisen für Neutralisations- und Verweilgefäße, Aluminium für die Rohaldoleitungen und Zwischentanks. Baumaterial der Zentrifuge

In die Raschig-Kolonnen wird im Boden aus einem Ring mittels 4 Düsen Dampf in den Kolonnensumpf eingeblasen. Diese Anordnung hat sich in Schkopau als notwendig erwiesen, um die Erschütterung der Kolonne möglichst zu mildern. Die Dampfeinführung in den Ring erfolgt von oben. Diese Einführung muss etwa bis zur halben Höhe der Raschig-Kolonnen nachgezogen werden, damit bei Ausbleiben des Dampfes der Inhalt der Kolonne nicht in die Dampfleitung eintreten kann (ist in Schkopau vorgekommen).

Der Sumpf der Raschig-Kolonnen läuft in eine Klärgrube und wird hier zwecks Abkühlung mit etwa der gleichen Menge Flußwasser versetzt. Eine Kühlung des Sumpfes in einem Kühler ist nicht vorzuziehen, da dieser nach kurzer Zeit verharzt sein würde. Die Klärgrube ist eine einfache, mit Holztauskleidete Grube mit Schikanen. Bei guter Fahrweise fällt nur wenig Harz an, sodaß die Grube jedes Vierteljahr geleert werden muss. Es kommt aber auch vor, daß das Harz beständig aus der Grube ausgetragen werden muss.

Rein-Spritkolonne:

Die Brüden der Raschig-Kolonnen werden auf den 5. - 20. Boden der Rein-Sprit-Kolonnen aufgegeben. Der Aufgabeboden wechselt mit der Zusammensetzung der Brüden der Raschig-Kolonnen. Die Rein-Sprit-Kolonnen hat 10 Böden (Baumaterial Eisen). Diese hohe Bodenzahl ist unbedingt erforderlich, da in den Brüden der Raschig-Kolonnen nicht nur Wasser, sondern auch Acetal und Butanol enthalten ist. Die Rein-Sprit-Kolonnen ist deshalb als eine aus 2 - 3 Kolonnen zusammengesetzte Kolonne zu denken. Der Rücklauf der Rein-Spritkolonnen ist ca. 5-fach. Über Kopf der Kolonnen destilliert Spirit von Monopolqualität. Er wird in einem Ginabat-Kondensator kondensiert, gekühlt, in einer 5 cbm-Vorlage gesammelt und hierauf mit Ovalradzählern gemessen ins Tanklager gefahren. Wegen der Messung des Sprits mit Ovalradzählern hat die Monopolverwaltung anfänglich Einspruch erhoben und verlangte die Messung mit dem ihr bekannten Siemens-Fremmezähler. Erst nach langwierigen Verhandlungen hat sie sich bereit erklärt, die Messung mit Ovalradmessern zuzulassen.

Die Rein-Sprit-Qualität entspricht manchmal nicht den Anforderungen der Monopolverwaltung. Der Spirit enthält bisweilen bis zu 0,05% Aldehyde entgegen einer Forderung der Monopolverwaltung von 0,01% und weniger. Es wird wahrscheinlich noch etwas Butyraldehyd mit übergetrieben, denn während Crotonaldehyd im alkalischen Verkocher zu 100% verharzt, ist es sehr schwer, den Butyraldehyd vollständig zu verharzen. Um die Spirit-Qualität zu verbessern, ist es deshalb wahrscheinlich notwendig, im alkalischen Verkocher die Temperatur zu erhöhen. Der Verkocher muss deshalb unbedingt für Druck ausgelegt werden. Es wird in Schkopau übrigens vermutet, daß diese Schwierigkeiten beendet sein werden, wenn die Hydrierung des Aldols mit einem Nickelkontakt durchgeführt wird. Die anfallenden Produkte werden dann wahrscheinlich wesentlich besser ausyariert sein und keine nennenswerte Menge Butyraldehyd mehr enthalten.

Der Rein-Sprit enthält ausserdem immer noch geringe Mengen Amine, welche aus dem Einspritzdampf der Raschig-Kolonnen stammen. Das Auftreten dieses Amins wird sich kaum vermeiden lassen, da die Raschig-Kolonnen unbedingt mit direktem Dampf gefahren werden muss, um die Harze abzutrennen.

Im Sumpf der Rein-Sprit-Kolonne verbleibt ein Butanolwasser-Gemisch, wie es zur Nachhydrierung gegeben wird. Diese Hydrierung ist sehr eisenempfindlich. Beim Anfahren der Rein-Sprit-Kolonne fällt zunächst ein eisenhaltiger Sumpf an, dessen Eisengehalt nach längerem fahren aber sehr zurückgeht. Dieser anfänglich eisenhaltige Sumpf muss vor Abgabe an die Hydrierung in der diskontinuierlichen Destillation eisenfrei destilliert werden.

Der Sumpf der Rein-Sprit-Kolonne fließt über einen Kühler und ein Membranventil in eine Florentiner Flasche, wo eine Scheidung in wassernhaltiges Butanol und butanolhaltiges Wasser erfolgt. Die Abkühlung des Sumpfes ist unbedingt erforderlich, da eine gute Ausbildung der Trennschicht erst bei 20° erfolgt. Das Butanolwasser soll zur Belüftung der Raschig-Kolonne benutzt werden. Da es hierzu wieder aufgewärmt werden muss, beabsichtigt Schkopau, die Abkühlung des Sumpfes der Rein-Sprit-Kolonne durch Wärmeaustausch mit dem aufzuheizenden Butanolwasser zur Raschig-Kolonne durchzuführen.

Die Rohbutanol-Leitungen müssen unbedingt beheizt werden, da Butanol bei - 4° C gefriert. Die Vorlage für das Butanolwasser muss möglichst groß gewählt werden (größer als 2 cbm), damit der Rücklauf auf die Raschig-Kolonne gleichmäßig gefahren werden kann. Denn das Wasser aus der Rein-Sprit-Kolonne fällt stossweise an. Das Rohbutanol wird in beheizter Leitung mit Siph-Pumpe ins Tanklager gefördert.

Butolacetal-Kolonne:

Für Az ist vorgesehen, den Sumpf der Rein-Sprit-Kolonne vor Abtrennung des Butanols noch durch eine Butolacetal-Kolonne laufen zu lassen. Der Anfall an Butolacetal ist besonders bei spritarmer Fahrweise ausserordentlich gering, sodaß nach Schkopauer Anschauung die Abtrennung des Butolacetals dann nicht mehr rentabel ist. Bei Einschaltung der Butolacetal-Kolonne würde der heiße Sumpf der Rein-Sprit-Kolonne unmittelbar in die Butolacetal-Kolonne gefahren werden. Der Sumpf dieser Kolonne wiederum würde über den Kühler bzw. Wärmeaustauscher der Rein-Sprit-Kolonne in das Butanol-Scheidegefäß gefahren werden.

Regler:

Im Spritteil ist die Destillation weitgehend geregelt und bedarf nur geringer Wartung. Es ist aber notwendig, daß der regulierte Stickstoff für die Regler unbedingt betriebssicher zur Verfügung steht. In Schkopau treten häufig Störungen in der Linde-Anlage auf. Mit diesem Betrieb ist deshalb vereinbart, daß der Destillation der notwendige Stickstoff unbedingt als Notstickstoff zur Verfügung gestellt wird. Diese Absprache konnte ohne Schwierigkeiten durchgeführt werden, weil die Destillation nur einen geringen Bedarf an Stickstoff hat.

Dampfverbrauch:

Der Dampfverbrauch der Destillation ist erheblich. Er entspricht in Schkopau aber durchaus den theoretischen Zahlen. Schkopau empfiehlt den Verbrauch der Energien an möglichst vielen Stellen zu messen. Sofern er einen bemerkenswerten Betrag übersteigt (z.B. 100 kg/h Dampf). Selbst der Dampfverbrauch der Dampfstrahler sollte gemessen werden. Für Dampfmessungen genügen an sich Meßdrosseln. Größere Dampfmenngen werden in Schkopau durch selbsttätige Schreiber aufgeschrieben, kleinere Dampfmenngen werden mit ausreichender Genauigkeit mit Meßdrosseln und Durchflußmessern oder Manometern gemessen.

Die Schwankungen im Dampfverbrauch sind so gering - es wird wochenlang mit gleichem Dampfdruck gefahren - daß die Dampfmen gen durch einfache Multiplikation der Stundenzahl mit der Durchflußmenge bestimmt werden können. Die Durchflußmenge wird halbstündlich vom Kolonnenfahrer aufgeschrieben. Die wichtigsten Dampfmessungen sind:

- 1) Wiederaufkocher Butol-Vorlauf-Kolonne
- 2) Wiederaufkocher Wasserkolonne
- 3) Wiederaufkocher Rein-Butol-Kolonne
- 4) Raschig-Kolonne-Einspritzdampf
- 5) Wiederaufkocher Sprit-Kolonne (in der Sprit-Destillation wird mit Niederdruckdampf gefahren).

Dieser Dampfverbrauch sollte unbedingt mit Bopp & Reuther - Dampfmen genschreiber oder mittels Ringwaagen mit Fernübertragung und automatischen Schreibern registriert werden. Nicht nur die Registriergeräte, sondern auch die Dampfbedienungsventile sollten unbedingt auf der Meßtafel angeordnet werden. Der Dampfdruck der Vorwärmer wird mit ausreichender Genauigkeit mittels Hg-Manometern und halbstündlicher Notierung des Druckes registriert.

Schkopau schlägt vor, aus dem Hochdruckkondensat der Butol-Destillation einen Teil des Niederdruckdampfes für die Sprit-Destillation zu erzeugen. Dies hat allerdings den Nachteil, daß das Niederdruck-Kondensat in das Kesselhaus gepumpt werden muss.

III. Butanol-Destillation:

Rohbutanol darf nicht in Eisenbehältern gelagert werden, da Eisen in der Hydrierung stört. Die Tanks und Leitungen für Rohbutanol müssen mit Butolwasser beheizt werden. Vorzuziehen wäre Glykolwasser wegen des tieferen Gefrierpunktes. Das Rohbutanol wird in geheizter Leitung zur Hydrierung gepumpt (die Rückleitung muss ebenfalls beheizt werden). Das nachhydrierte Rohbutanol wird wiederum im Tanklager gelagert. Die Tanks für nachhydriertes Butanol können aus Eisen sein. Die Hydrierung und Destillation des Butanols wird zwar kontinuierlich durchgeführt aber mit Unterbrechungen, da nicht genügend Butanol zur Verfügung steht.

Rein-Butanol braucht nur dann in Aluminiumbehältern gelagert werden, wenn es für mehrere Monate aufgehoben wird. Sonst genügen auch hier Eisenbehälter. Bezüglich der Lagerung des Rein-Butanols in Aluminium ist zu bemerken, daß wasserfreies Butanol (unter 0.2% Wasser) bei Temperaturen von 100° in kurzer Zeit Aluminium auflöst. Wasserhaltiges Butanol kann auch bei höheren Temperaturen in Aluminium gelagert werden.

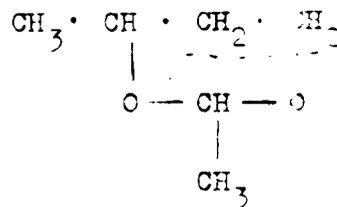
Butanol-Vorlauf-Kolonne:

Das Roh-Butanol wird durch Zusatz von 2 - 2 1/2 % NaOH 20%ig auf ein pH von 6 - 7 gestellt. Die Dosierung erfolgt auch hier durch Einspritzen der Lauge mittels Schwinghebel pumpen unmittelbar in die Zugangsleitung zur ersten Kolonne. Das Roh-Butanol wird über einen Vorwärmer in die 40 bödige Vorlauf-

Kolonnen gedrückt. Über Kopf destillieren:

- 1) Sprit
- 2) Sekundär-Butanol

Der Sprit ist aus Acetaldehyd entstanden. Es besteht auch die Möglichkeit, daß im Roh-Butanol Paraldehyd enthalten war, da Paraldehyd die gleichen azeotropen Eigenschaften hat wie Butanol. Der Sekundär-Butanol wird durch hydrierende Spaltung aus Butylacetal gewonnen



Es ist unbedingt erforderlich, das sekundär-Butanol vom Normal-Butanol abzutrennen, weil es die Ausbildung der Trennschicht n-Butanol-Wasser stört. Die Abtrennung muss sehr sorgfältig durchgeführt werden. Deshalb wurde auch die ziemlich große Anzahl der Böden der Kolonne gewählt. Es wird deshalb auch ein im Verhältnis zum Gehalt des Sekundär-Butanols im Normal-Butanol recht hoher Vorlauf abgetrennt, welcher entsprechend große Mengen Normal-Butanol enthält. Es wird ca. 10-15% des gesamten Butanols als Vorlauf übergetrieben. Der Rücklauf ist ca. 5-fach. Die Beheizung des Vorwärmers und des Wiederaufkochers dieser Kolonne erfolgt mit Niederdruckdampf. Das erhaltene Destillat wird diskontinuierlich umdestilliert (die Aufgabe des Produktes auf die diskontinuierliche Kolonne muss sehr hoch erfolgen, ungefähr auf den 20. von 30 Böden).

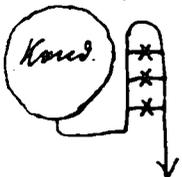
Entwässerungs-Kolonnen:

Der Sumpf der Butanol-Vorlauf-Kolonnen wird auf den 15. - 10. Boden der 30-böden Entwässerungskolonnen aufgegeben. Es bereitet keine Schwierigkeiten, den Sumpf wasserfrei zu destillieren. Es ist aber unbedingt notwendig, Sorge zu tragen, daß sich eine übergenügende Azeotrop nicht ausbildet, damit der Dampfverbrauch nicht zu hoch wird. Es wird deshalb im Kondensatablauf beständig der Wassergehalt bestimmt. Es muss angestrebt werden, daß in 500 cbm Kondensat mindestens 100 cbm Wasser enthalten sind. Der bei 20°C gekühlte Kondensatablauf wird in einer Scheideflasche in 50% wässriges Butanol und in Butanolwasser geschieden. Das gesamte wasserige wässrige Butanol wird als Rücklauf für die Entwässerungskolonnen gefahren. Eine Aufheizung dieses Rücklaufes erfolgt nicht.

Rein-Butanol-Kolonnen:

In der 3. Kolonne wird über Kopf Rein-Butanol destilliert. Der Sumpf enthält ein Gemisch von Hexanol und Butol. Er ist eine Spur alkalisch.

Nach Neutralisation wird aus ihm durch diskontinuierliche Destillation das Hexanol abgetrieben. Das im Sumpf der diskontinuierlichen Kolonne verbleibende Butol kehrt in die Butol-Destillation zurück. In der Schkopauer Butanol-Destillation werden keine Pinabat-Kondensatoren, sondern 2 übereinander liegende Röhrenkühler benutzt, in welchen ein Stau erzeugt werden kann durch einen Syphon, welcher durch Überbrückungsleitungen mit Ventilen auf verschiedene Höhen eingestellt werden kann. Der Verdampfer der Entwässerungs-Kolonnen neigt zu Verkieselung. Er muss alle Halbjahre geputzt werden. Die Röhrenkühler zeigen in Schkopau auf der Wasserseite starke Korrosion.



IV. Diskontinuierliche Destillation

In der diskontinuierlichen Destillation in Schkopau werden folgende Produkte destilliert:

A. Regelmäßig anfallende Destillationen:

1) Sprit-Vorlauf:

Besteht nach der Hydrierung im wesentlichen aus Sprit. Es muss aber ein geringer Vorlauf an Hexan abgetrennt werden. Die im Sprit-Vorlauf enthaltenen Amine werden durch Ansäuern vor der Destillation zurückgehalten.

2) Butanol-Vorlauf:

Die Destillation des Butanol-Vorlaufes wird später beschrieben.

3) Butanol-Nachlauf:

Besteht im wesentlichen aus Hexanol und Butol, welche durch einfache Destillation ohne Schwierigkeiten voneinander getrennt werden können.

4) Butanol-Wasser:

Das im Butanol-Wasser enthaltene Butanol wird als azeotrop übergetrieben. Es wird solange destilliert, bis der Sumpf butanolfrei ist.

5) Eisenhaltiges Butanol:

Es fällt nach Anfahren der Sprit-Kolonne an und muss vor Abgabe an die Hydrierung eisenfrei destilliert werden.

6) Rückbutanol aus der Butadien-Fabrik ca. 50 - 70 Motor

B. Unregelmäßig anfallende Destillationen:

7) Acetaldehyd aus Aldol-Fabrik:

Es fällt nach dem Putzen eines Aldolisators an und enthält neben Acetaldehyd und Wasser noch Hexanol.

8) Stufenöl aus der Karbid-Fabrik:

Es sind Chlorierungsprodukte des Acetylens.

9) Hexantriol H:

Aus dem Butol-Rückstand wird nach Abtrennung der Salze und Harze (siehe Triol-Fabrik) und Hydrierung ein Produkt erhalten, welches im wesentlichen aus Wasser, Butol, Hexantriol und Rückstand besteht. Ausserdem enthält es noch Spuren Propionsäure, welche unangenehm werden können, da sie bei höheren Temperaturen korrolierend wirken.

Ohne die Destillation des Hexantriols H wäre die Schkopauer diskontinuierliche Destillation bei weitem nicht ausgearbeitet. Erst durch die Hereinnahme der Destillation des Hexantriols H ist sie einigermaßen beschäftigt.

Butanol-Vorlauf:

Die diskontinuierliche Destillation des Butanol-Vorlaufes zerfällt in folgende Fraktionen:

a) Öl ohne Wasser

Es konnte bisher noch nicht mit Bestimmtheit festgestellt werden, welche Zusammensetzung dieses Öl hat. Wahrscheinlich besteht es in der Hauptsache aus Hexan. Da der Vorlauf süßlich riecht, wird vermutet, daß in ihm auch Äther enthalten sind. Der Vorlauf mischt sich nicht mit Wasser, er wird in Fässern aufgefangen und verbrannt.

b) Vorlauf

Es ist ein Zwischenlauf und enthält neben Öl wechselende Mengen wasserigen Sprits. Wenn eine Probe dieses Vorlaufes mit der 5-fachen Menge Wasser verdünnt, nur noch eine schwache Trübung infolge Ausscheidung zeigt, wird auf die nächste Vorlage umgestellt. Dieser Vorlauf wird aufgehoben und zur nächsten Destillation zurückgegeben.

c) Sprit

Der Sprit wird an die Sprit-Destillation abgegeben.

d) Zwischenfraktion

Wenn die Hauptmenge Sprit abgetrieben ist, steigt die Temperatur an. Es geht eine Zwischenfraktion über, welche neben Sprit und Wasser sek-Butanol enthält. Auch diese Fraktion wird zur nächsten Destillation zurückgegeben.

e) sek-Butanol

Es ist ein Konzentrat, welches etwa 40% sek-Butanol enthält. Mengenmäßig ist es aber so wenig, daß es gewöhnlich verbrannt wird. Erst nach Jahren würden genügende Mengen gesammelt sein, um daraus reines sek-Butanol gewinnen zu können.

f) Entwässerungs-Fraktion

Nunmehr wird zu dem Rückstand Benzol zugesetzt und azeotrop entwässert.

g) sek-Butanol

Nach der Entwässerung trennt sich der sek-Butanol sehr gut vom n-Butanol.

h) Rückstand

Der Rückstand besteht im wesentlichen aus n-Butanol. Er wird analysiert und je nach Ausfall der Analyse zum anhydrierten oder hydrierten Butanol gegeben, um in der Butanol-Destillation auf Rein-Butanol verarbeitet zu werden.

Beschreibung der Schkopauer diskontinuierlichen Kolonne:

Die Schkopauer diskontinuierliche Kolonne ist vollständig aus Kupfer gebaut und für Druck und Vakuum ausgelegt, um praktisch alle vorkommenden Destillationen darin ausführen zu können. Für die Erzeugung des Vakuums steht eine Elmopumpe und ein Dampfstrahlgebläse zur Verfügung. Die 50 cbm Kupferplattierte Blase ist als Rührblase ausgebildet. Nach Schkopauer Ansicht ist es

aber nicht unbedingt erforderlich, einen Rührer vorzusetzen. Die Blase ist mit Umwälzverdampfer und mit Umwälzpumpe versehen. Der Verdampfer hat eine Heizfläche von 25 qm. Der Boden der Blase ist mit Samka-Röhren (3 am Heizfläche) versehen. Diese Anordnung wird von Schkopau nicht empfohlen, da es dort größte Schwierigkeiten bereitet hat, den notwendigen Bodenflansch zu dichten. Bei Fehlen der Bodenbeheizung kann der Boden geschweißt werden.

Die Kolonne besteht ebenfalls aus Kupfer. Das ist aber nicht notwendig. Es genügt eine Plattierung mit Remanit 1610 S. Eine solche Kolonne würde auch stabiler sein. Schkopau benötigt für seine Kupfer-Kolonne ein eigenes Stützgerüst.

Maße der Kolonne: 1200 Durchmesser. = Böden. 100 Abstand

Als Kondensator benutzt Schkopau einen Ginabat-Kondensator. Die Lauchung wurde aber aus folgenden Gründen entfernt: Bei hochgezogener Lauchung steht im Kondensator sehr viel Flüssigkeit. Es ist deshalb kaum möglich, kleine Zwischenfraktionen abzutrennen. Im besonderen ist es schwierig, die Kolonnen richtig zu belüftern. Da der Lutter nach Möglichkeit die Zusammensetzung des Destillats haben soll, wäre das zweckmäßigste, auf die Kolonne einen kleinen Deflegmator zu setzen. Das ist wegen der baulichen Schwierigkeiten aber wohl kaum möglich. Schkopau hat deshalb unter dem Kondensator noch ein kleines 50 l - Gefäß gesetzt, aus welchem belüftert wird. Auch bei großen Zwischenfraktionen ist diese Anordnung zweckmäßig, denn wenn aus einer großen Vorlage belüftert wird, hat der Rücklauf praktisch eine ziemlich gleichmäßige Zusammensetzung, während das Destillat vom reinen Produkt A zum reinen Produkt B mit allen Mischungsverhältnissen wechselt. Dr. Ströbele schlägt vor, anstelle des Ginabat-Kondensators einen zweiten Röhrenkühler zu wählen und den ersten als Deflegmator, den zweiten als Kondensator und Flüssigkeitskühler zu fahren. Aus dem ersten Kühler könnte ein Teilstrom zur Belüftung abgezogen werden. Unter Umständen würde auch das Aufsetzen eines kleinen Luftkühlers auf die Kolonne genügen, welcher als Deflegmator wirken würde.

Die Schkopauer Kolonne kann durch einen Kurzschluß mit Schiebern von der Blase unmittelbar zum Kondensator umfahren werden. In diesem Kurzschluß ist lediglich ein Einsatzzpaket Rasch-Ringe in den Kurzenaufsteigenden Ast über der Blase eingefügt. Diese Anordnung hat sich bei der Destillation hochsiedender Produkte - insbesondere des Triols E - sehr gut bewährt. Bei der Destillation des Triols E werden Wasser und Autol über die Kolonne, Triol E über den Kurzschluß destilliert. Schkopau führt ca. 100 Kilo Triol E. In diese Menge ist eingeschlossen der aus dem kurzenfahrenen Kühler Autolrückstand gewonnene Anteil.

Vorlagen

Schkopau verfügt für die diskontinuierliche Kolonne über 8 kleine Vorlagen à 3 cbm, von welchen die mittlere als Florentiner Flasche ausgebildet ist und 3 große Vorlagen à 30 cbm. Die letzteren können auch im Tanklager stehen, sofern dies nicht so weit entfernt ist. Bei entfernterem Tanklager ist die in den Leitungen zum Tanklager stehende Flüssigkeit nicht zu unterschätzen. Bei Umstellung von einer Fraktion zur anderen muß deshalb die Leitung zum Tanklager ausgeblasen werden. Nach Möglichkeit werden diese Leitungen auch mit Gefälle verlegt. Die Vorlagen können aus Eisen sein.

In Schkopau ist lediglich je eine kleine und eine große Vorlage phenyltaliert. Auf den großen Vorlagen ist in Schkopau eine Verrieselung angebracht. Eine Beheizung ist nicht vorhanden. Die Vorlagen sind für Druck ausgelegt, da gelegentlich auch Acetaldehyd destilliert werden muss. In der diskontinuierlichen Kolonne sind ferner die üblichen Nebenapparate angebracht - Dampfstrahler, Stickstoffdruck-Leitung, Fluggerflasche - für Umwälzung des Kolonnensumpfes sind 2 Pumpen vorhanden. Davon ist eine eine Schlamm-pumpe. Die Umwälzleitung ist aus Kupfer. Eine Standhaltung in dem kleinen Auffanggefäß unter dem Kondensator ist nicht erforderlich.

V. Hexantriol-Fabrik

Die Hexantriol-Fabrik ist in Schkopau in einem besonderen Bau untergebracht. Es ist ein zweigeschossiger Bau. Auf ebener Erde sind die Pumpen aufgestellt. Auf der ersten Bühne stehen die Säuerungs- und die Fällkessel, die Kolonnen, Pressen und Bedienungsstände, auf der zweiten Bühne die Kondensatoren.

Arbeitsvorschrift:

Der Butol-Rückstand wird bei 90° in einem Rührkessel kontinuierlich mit Säure und Wasser versetzt. Dabei fällt Kaliumsulfat und ein harziger Rückstand aus. Das Gemisch wird auf einem Brenfilter oder in einer Filterpresse (als Reserve ist eine 2. Filterpresse vorhanden) filtriert. Das Filtrat läuft über eine Vorlage ins Tanklager und wird nach Bedarf auf Triol techn. und Triol H verarbeitet. Zur Herstellung von Triol H wird in einem zweiten Kessel der Triolfabrik nochmals mit Säure und Wasser behandelt und filtriert und kehrt hierauf ins Tanklager zurück. Vom Tanklager wird es zur Nachhydrierung abgegeben. Das nachhydrierte Produkt wird in der diskontinuierlichen Kolonne destilliert. Die Fabrikation von Triol techn. wird in der Triolfabrik ausgeführt. Zu diesem Zweck wird das erste Filtrat vom Tanklager in die Triolanlage zurückgefahren und hier nach erneuter Filtration in einem 3-qm -Scheibler-Filter in 4 Kolonnen kontinuierlich destilliert (1. Wasserkolonne, 2. Butol-Kolonne, 3. Triol-Kolonne, 4. Ausquetsch-Kolonne). Der in der Ausquetsch-Kolonne verbleibende Rückstand wird in einem gereinigten Kesselwagen zu einer Schmutzhalde zerfahren.

Pumpen und Vorlagen:

Die Förderung des Produktes von einer Kolonne zur andern erfolgt durch V2A-Pumpen. Es sind z.T. Kreisel- z.T. Lahnradpumpen. Der Sumpf dieser Kolonnen ist mit Zwangsumlauf versehen. Die Umwälzpumpen haben eine Förderleistung von 150 qm/h. Das Baumaterial der Apparate der Triolfabrik muss nach Möglichkeit V2A, Remanit 1610 S oder Kupfer sein. Nur keinen Fall Eisen, da überall Crotonsäure auftritt, welche zu weitgehenden Korrosionen Anlaß gibt. Die Kolonnen werden mit Vakuum getrieben. Das Vakuum wird durch Elmopumpen und Dampfstrahler erzeugt. Für 4 Kolonnen - Reserve-Kolonne für Wasser Butol werden 4 Elmopumpen benötigt. In dem Pumpenraum zu ebener Erde stehen noch die Vorlagen für die Filtration (2 Vorlagen aus Eisen phenyltaliert) und 2 Triol-Vorlagen (2 aus Aluminium). Aus letzteren Vorlagen wird das Triol mit eisernen Lahnradpumpen ins Tanklager zerfördert.

Das erste Filtrat

Fällkessel:

In der Triolfabrik stehen drei 3000 l - Fällkessel (einer für Triol techn., einer für Triol H, einer als Reserve). Das in den Fällkessel einlaufende Wasser wird mit einer Wasseruhr dosiert und gemessen. Die Schwefelsäure wird aus einem kleinen über dem Kessel stehenden Gefäß dosiert. Es wird nach Tüpfelprobe auf pH 4.5 gestellt. Die Schwefelsäure wird laufend aus einem 500 l - Vorratsgefäß nachgefüllt. Die Fällkessel sind in Schkopau ausgemauert, einer ist phenyltalisieret. Die Aufheizung auf 90° erfolgt im Kessel durch Einspritzdampf. Der Flüssigkeitsstand im Kessel wird durch pneumatische Standanzeige gemessen.

Destillation:

Zum Abtreiben von Wasser und Butol aus dem vorgereinigten Triol stehen in Schkopau 3 Raschigringkolonnen mit 300 Durchmesser zur Verfügung, eine aus Kupfer, zwei aus Aluminium). Für die Darstellung von Triol techn. werden von diesen nur 2 Kolonnen benötigt. Eine dient als Reserve-Kolonne. Für die Destillation von Triol H dagegen ist vor die Wasser-Kolonne noch eine Vorlauf-Kolonne anzusetzen. Die Zusammensetzung des bei der Destillation von Triol H anfallenden Vorlaufs ist nicht bekannt. Die Triol-Kolonne in der Triolfabrik besteht im wesentlichen aus einem großen Wiederaufkocher und einem darüber angeordneten Ausdampfraum mit vorgeschaltetem Raschigring-Paket (Baumaterial V2A). Es ist sehr schwierig aus dem sahen Kolonnensumpf das Triol vollständig heraus zu destillieren. Deshalb ist der Triol-Kolonne noch eine Ausquetsch-Kolonne nachgeschaltet. Der Einbau von Standreglern in die Kolonnensümpfe der Triolfabrik ist wegen der Zähigkeit des Materials nicht möglich. Die Standhaltung erfolgt von Hand. Um den Stand beobachten zu können, sind in die Kolonne verglaste Schaulöcher eingebaut.

Kondensatoren:

- 1) der Kondensator der Wasserkolonne ist ein einracher Einspritzkondensator aus phenyltalisieretem Eisen.
- 2) für die Kondensation von Butol wird ein kleiner Finabat-Kondensator aus Kupfer benutzt. Die Anwendung dieses Baumaterials ist an dieser Stelle unbedingt erforderlich, da in dem Kondensator die stärkste Korrosion durch Crotonsäure auftritt.
- 3) Für die Kondensation von Triol wird ein Verdampfungskondensator benutzt. Es ist ein mit Wasser gefülltes Gefäß. Die Verdampfungswärme für das Wasser wird den Triolbrüden entzogen und dadurch deren Kondensation bewirkt. Der Wasserdampf wird über Dach entspannt. Der Verdampfungskondensator ist ein stehender Röhrenkühler aus V2A mit Aluminiumnaube. Das Kondensat aus dem Verdampfungskondensator wird in einem nachgeschalteten Röhrenkühler aus V2A abgekühlt.
- 4) Die Ausquetsch-Kolonne hat ebenfalls einen Verdampfungskondensator mit Nachkühler aus V2A.

Der Wasserstand in den Verdampfungs-Kondensatoren wird durch ein Wasserstandesglas sichtbar gemacht.

Raschig-Ringe:

Für die Kolonnen sind Raschigringe aus Kupfer oder Aluminium unbrauchbar, da sie nach kurzer Zeit wahrscheinlich durch die protonensaure zerstört werden. Zwangsläufig müssen deshalb zur Beschickung der Kolonnen Raschigringe aus Porzellan benutzt werden, welche den großen Nachteil haben, daß der anfallende Porzellanstaub die Umwälzpumpen sehr beansprucht, unter Umständen sogar zu Verstopfungen führt.

VI. Butol-Tanklager:

Ein eingehender Vorschlag für die Ausgestaltung des Butol-Tanklagers in AZ liegt in Lu vor. Im Butol-Tanklager in Schkopau wird gelagert:

- 1) Rohbutol, Eisen. Durch den Mannlochdeckel ist eine Heizschlange durchgeführt. In Schkopau wird Reinbutol im Butadien-Tanklager gelagert.
- 2) Butol-Rückstand, Eisen. Tanks müssen gut geneigt und sehr gut isoliert sein. Tanks haben eine Sonderkonstruktion: Schlitzlöcher zum Abschlammen des Satzes.
- 3) Spritvorlauf (Acetvorlauf) Drucktank aus phosphatisiertem Eisen, keine Heizung. Für nachhydriertes Produkt kein besonderer Tank vorhanden.
- 4) Reinsprit, Eisen, keine Heizung
- 5) Rohbutanol, Aluminium (Eisen unbrauchbar, Eisen phosphatisiert oder mit Oppanol ausgekleidet brauchbar) - unbedingt Heizung vorsorgen und gut isolieren.
- 6) Rohbutanol hydriert, Eisen - Heizung vorsorgen - gut isolieren.
- 7) Butanol-Wasser, Eisen - Heizung vorsorgen - gut isolieren.
- 8) Butanol-Vorlauf, Eisen - Heizung nicht notwendig.
- 9) Rein-Butanol, Aluminium oder Eisen - Heizung in Schkopau nicht vorhanden.
- 10) Butanol-Rückstand, Eisen, Heizung in Schkopau nicht vorhanden.

Alle Tanks stehen in Tassen, welche so groß bemessen sind, daß sie den Tankinhalt aufnehmen können. Es ist darauf zu achten, daß Flüssigkeiten, die miteinander chemisch reagieren nicht in benachbarten Tanks gelagert werden. Die Tassen werden in Schkopau nach Bedarf mit einer selbstansaugenden Pumpe leer gepumpt (Pumpen sehr oft zerstört). An der Stirnseite der Tanks sind Umschaltventile angebracht. Hier sind Freile Stützen vorzusehen, damit die Tanks durch Schlauchverbindungen miteinander verbunden werden können (an jedem Tank einen Wahlstutzen vorsorgen). Jeder Tank hat eine Galvanleitung, welche an die Förderpumpe angeschlossen ist (unbedingt erforderlich). Jeder Tank ist mit einer Sommerberieselung versehen. Das Bedienungsventil befindet sich am Tank selbst. Diese Sommerberieselung ist nicht unbedingt erforderlich. Ausserdem ist an jedem Tank eine Feuerlöschleitung angeschlossen. Das Ventil der Feuerlöschleitung wird auf der Strasse bedient, und zwar so, daß beim Öffnen dieses Ventils alle Tanks gleichzeitig berieselt werden. Diese Feuerlöschberieselung ist bisher nicht in Tätigkeit getreten. Dr. Ströbele bezweifelt aber, daß in Schkopau der Wasserdruck ausreicht, um alle

I. G. FARBENINDUSTRIE AKTIENGESELLSCHAFT WERK AUSCHWITZ

Bauführung

att

Tanks gleichzeitig zu berieseln. Es wird deshalb vorgesehen, die im Brandfall gefährdeten Tanks mit der Sommerberieselung zu berieseln. Für diesen Fall wäre es aber zweckmäßiger, die Ventile für die Sommerberieselung nicht unmittelbar am Tank, sondern an einer entfernteren Stelle anzubringen.

Standmessung:

Die Standmessung ist in Schkopau zentralisiert. Das ist aber nicht notwendig und hat auch keine besonderen Vorteile. Beim Einbau dieser zentralen Standmessung hat es in Schkopau große Schwierigkeiten gekostet. Messleitungen zu dichten und später selbst dicht zu behalten. Bei neueren Tanks hat deshalb in Schkopau die Standanzeige unmittelbar am Tank angebracht. Diese Tanks sind in Schkopau mit pneumatischer Messung mit Ig-Manometern versehen. Bisher wurde die Messleitung von oben in den Tank eingeführt. Das hat große Nachteile, denn wenn die lange Leitung zwecks Reinigung aus dem Tank herausgenommen werden muss knickt sie gewöhnlich ein und wird unbrauchbar. Bei neueren Tanks wird deshalb in Schkopau die Messleitung durch einen Mannlochdeckel hindurchgeführt und aussen am Tank bis zum oberen Rand hochgeführt.

Belüftung:

Die Belüftungsleitung der Tanks geht über eine Fluggerflasche, welche einen Anschluß hat für Druckstickstoff. Die Fluggerflasche nach Schkopauer Ausführung muss ca. 20 cm höher sein. In den Schkopauer Fluggerflaschen wird die Flüssigkeit auf etwa $\frac{2}{3}$ Höhe gedrückt, sodaß die Beobachtung am Schauglas sehr schwierig ist. Der Stickstoffdruck für die Belüftung wird durch Allo-Regler konstant gehalten. (Allo-Regler dürfen nicht im Freien stehen).

Der Rohbutanol-Tank hat unten 2 Abgänge, von welchen der obere so hoch gelegt ist, daß er noch etwa 10% des Inhaltes im Tank läßt. Das ist deshalb erforderlich, weil sich im Tank unten immer noch etwas Wasser abscheidet. Bei Benutzung des unteren Abganges fällt deshalb oft, vor allem nach längerem Stillstand zunächst ein erheblicher Wasserstoss an. Der untere Abgang wird deshalb zweckmäßig an die Florentiner Flasche für Butanoltrennung angeschlossen. Die Aluminiumtanks sind sehr empfindlich gegen Unterdruck. Neuere Aluminiumtanks in Schkopau haben deshalb Versteifungsrillen.

Messung:

An Ausgängen aus dem Tanklager werden in Schkopau nur solche mit Ovalradzählern gemessen, welche an fremde Betriebe abgegeben werden z. B. Spirit, Rohbutanol zur Hydrierung.

Pumpenstube:

Sie liegt in Schkopau sehr tief. Selbstansaugende Pumpen werden in Schkopau grundsätzlich verworfen. Ausser den Pumpen für Säuren und Laugen stehen in Schkopau keine Pumpen in Tassen. Hinter den Pumpen verläuft ein Kanal mit Entlüftungsstutzen gegen die Pumpen. Aus dem Kanal wird mittels Ventilator entlüftet. Der Kanal ist offen. Das hat bei der tiefliegenden Pumpenstube den Nachteil, daß erhäufig voll Wasser läuft, sodaß der Ventilator Wasser ansaugt. Schkopau hat sich dadurch geholfen, daß es diesen Kanal in eine noch tiefer liegende Grube entwässert, aus welcher das Sammelwasser wiederholt entleert werden muss. Schkopau macht den Vorschlag, die Absaugungsleitungen

I. G. FARBENINDUSTRIE AKTIENGESELLSCHAFT WERK AUSCHWITZ

Bauleitung

in Tonröhren zu verlegen, um diese Schwierigkeiten zu beseitigen. Der Boden der Pumpenstube muss Gefälle haben.

Pumpe:

Der Druckstrang der Pumpe hat eine Verteilung nach zwei Richtungen. Ein Strang geht als Wälzleitung zum Tank zurück, der zweite Strang ist der Förderstrang. Alle Produkte, welche zur Hydrierung geordert werden, werden mit mehrstufigen Kreiselpumpen gefördert, da die Einspritzpumpen einen Vordruck von mindestens 2.5 atü benötigen. Die Butol-Rückstand-Pumpen haben einen offenen Kreislauf.

Die Warmwasser-Heizung für die Butanolleitungen ist in der Pumpenstube aufgestellt. Es ist ein geschlossener Kessel, in welchem Butolwasser mit Dampf auf ca. 80° geheizt wird. Die Temperatur wird durch Regler geregelt.

Über der Pumpenstube liegt in Schkopau die Schaltstation. Ferner befindet sich dort ein Lagerraum für Verpackungsmaterial der Triolfabrik. In einem weiteren Raum stehen 2 Scheibler-Filter von 70 cm. Zur Filtration des Butol-Rückstandes vor Abgabe an die Hydrierung ist ausserdem hier eine Erweiterung durch Anbau einer Triol-Abfüllstation geplant. Da mithin die Triolfabrik im Pumpenhaus des Tanklagers bereits 3 Räume beansprucht und da das Hexantriol auf seinem Fabrikationsgang wiederholt das Tanklager passiert, schlägt Dr. Ströbele vor, einen Teil der Triolanlage mit dem Tanklager zu verbinden, und zwar die Ausfällung. In diesem Falle wären im Pumpenhaus weiter aufzustellen:

3 Schbm - Kessel, 1 Drehfilter, 2 Filterpressen mit den dazugehörigen Vorlagen und Pumpen.

Dadurch würden 2 Leitungen zwischen Tanklager und Triolfabrik eingespart werden. Ausserdem würde der wenig eritreuliche Schmutz von der Strasse entfernt. Es muss aber ein Gleisanschluss vorgesehen werden. Der Rest der Triolfabrik besteht dann noch aus einer Destillationsanlage, welche unter Umständen mit der Hauptdestillation verbunden werden könnte, bezw. könnte die Destillation ganz fortfallen, wenn nur Triol E fabriziert wird und die Destillation in der diskontinuierlichen Kolonne durchgeföhrt wird.

VII. Verkaufstanklager:

Die Butol-Destillation unterhält gemeinsam mit dem Styrolbetrieb ein Verkaufstanklager. Die Butol-Destillation hat dort aufgestellt:

- a) 1 Aluminiumtank für Butanol zu 400 cbm.
- b) 2 eiserne Tanks für Sprit zu 400 cbm für die Lagerung von Sprit genügt aber 1 Tank).

VIII. Verschiedenes

Messleitungen:

Die Messleitungen müssen vor Anschluss an die Meßorgane eine gute Entwässerung haben, welche vor Einfrierung zu schützen ist. Die Entwässerungen müssen beständig unter Aufsicht gehalten werden.



I. G. FARBENINDUSTRIE AKTIENGESELLSCHAFT WERK AUSCHWITZ

Bauführung

seit

Feuerschutz:

In der großen Destillation ist eine Katastrophengrube nicht vorhanden. Der Boden der Destillation hat Gefälle zur Seite. Hier befindet sich ein Längskanal, welcher in den Fabrikabwasserkanal mündet. Dieser Kanal ist offen.

Soziale Räume

Im Messhaus der Butol-Destillation befindet sich ein Aufenthaltsraum. Unter diesem ein Waschraum, welcher aber wenig benutzt wird. Im Betrieb sind mehrere Notbrausen.

Belegschaft:

- 1 Betriebsführer
- 1 Betriebsassistent
- 1 Obermeister für den gesamten Betrieb
- 1 Hilfsmeister für Butol-Destillation - Tanklager
- 1 Hilfsmeister für Triolfabrik
- 2 Laboranten
- 4 Laborarbeiter
- 4 Jungens
- 1 Spülfrau
- 1 Putzfrau
- 2 Tagesarbeiter

Schichtarbeiter:

- 1 Schichtmeister
- 1 Vorarbeiter
- 3 Kolonnenfahrer für Butol und Sprit
- 2 Kolonnenfahrer für Butanol für die kontinuierliche Kolonne
- 2 Kolonnenfahrer für Triol
- 1 Reserve-Kolonnenfahrer
- 1 Pumpenwärter für Butoldestillation
- 1 Pumpenwärter für Triol Reservepresse-putzer
- 1 Tankwärter für Haupttanklager
- 1 Tankwärter für Verkaufstanklager

Beim Anfahren der Destillation wird zweckmäßig für jede Kolonne ein Kolonnenfahrer eingesetzt.