

3.5.42

Destillation HülA. Butol-Destillation

Das Rohbutol wird von der Hydrierung mit einem pH von 4.3 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 Hül 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 Hül 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 Hül hat sehr unter der Verkie-selung des Wiederaufkochers der Kolonne I zu leiden. Um diese Schwierigkeit auf ein Mindestmaß zu beschränken, hat Hül eine Reihe von Filtern in die Rohbutolleitung vor Eingang in die Kolonne geschaltet:

- 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 fein-maschige 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 Hül 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. Hül beabsichtigt, das gesamte Destillat der Butol-Vorlaufkolonne nachzuhydrieren, um die Schwierigkeiten mit dem Druckverkoher 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. Um 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 belutet (Schkopau 0.1 - 0.2). Die Destillation wird durch eine Geruchsprüfung 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 Az 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 12. - 14. Boden der Kolonne III gepumpt. Die Kolonne arbeitet in Hüls mit einem Vakuum von 35-40 mm Hg, welches lediglich durch Elmo-pumpen 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 wasserfesten 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 belutet. 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 12. 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 ebenfalls ausschließlich durch eine Elmpumpe 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 Kreispumpe. 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 abgeschlossen. 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 V 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 Ginabat kondensiert wird. Auf Befragen erklärte Dr. Haag, daß er die den Ginabat-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 Hülß 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 Hülß 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, | $v = 0.75$, | 0.42 m/sec | Dampfgeschw. |
| 2) | 1600 ϕ , | 45 Böden, | 400 Abstand, | $v = 3.4$, | 0.31 m/sec | Dampfgeschw. |
| 3) | 2600 ϕ , | 30 Böden, | 500 Abstand, | $v = 0.22$, | 5.60 m/sec | Dampfgeschw. |
| 4) | 3000 ϕ , | 30 Böden, | 500 Abstand, | $v = 0.47$, | 4.00 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 Hülß beheizt. Ebenso sämtliche Leitungen, in welchen wasserhaltiges 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. 6.5 gestellt. Die Dosierung des KOH erfolgt mit Schwinghebelpumpen (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 Hülß 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 Hülß 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 Verkiesselungen 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 Belutterung 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.

*Im Vorlauf
Vorlauf-
Kol. nun
100% 2. Vorlauf
über Kopf
2/4*

14.5.42

3

Der Anfall an Reinbutanol beträgt ca. 60% des Rohbutanols (Rohbutanol = 170% des Reinbutanols). Der Sumpf der Reinbutanol-Kolonne wird diskontinuierlich aufgearbeitet. Er wird als Butanolrückstand deklariert.

C. Diskontinuierliche Destillation

In der diskontinuierlichen Destillation in Hülse 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 Hülse 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 Hülse 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 Belüftung 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 Belutterung 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 Hülls 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
16 900 l Benzol t.q.

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

Kesselwagen gesammelt und für sich aufgearbeitet. Die Destillation wird solange fortgesetzt, bis das eingefüllte Produkt wasserfrei ist. Der Sprit wird hierbei gleichzeitig entfernt. Gewöhnlich wird nunmehr Butanolvorlauf II nachgefüllt, um die Blase auszunutzen. Falls für die weitere Destillation das zugesetzte Benzol nicht ausreicht, muss auch dieses nachgefüllt werden. Insgesamt wurden bei der betrachteten Destillation 50 000 l Butanolvorlauf II in die Blase nachgefüllt. 4 650 l Benzol t.q. 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 7 400 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.

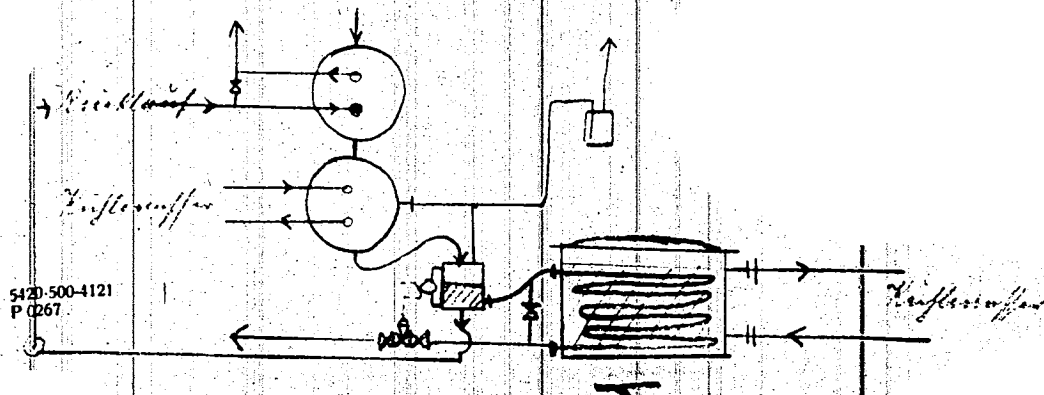
Beschreibung der Hülser diskontinuierlichen Kolonne

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 Canzler 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 130 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 Ginabst-Kondensator ohne Tauchung und hierauf eine Kühlervorlage (Röhren-Kühler mit Standregler). Parallel zur Kühlervorlage ist ein Schlangenkühler geschaltet.

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

Vorlagen

Für beide Kolonnen stehen Hülse 10 Vorlagen à 5 cbm zur Verfügung. (5 Vorlagen für Spritprodukte, 5 Vorlagen für Butanolprodukte). 2 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 Hülse 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) Rohsprit - 1 x 56 cbm - Eisen - nicht beheizt
- 7) Reinsprit - 2 x 56 cbm - Eisen - nicht beheizt
- 8) Spritvorlauf - 1 x 56 cbm - Eisen - nicht beheizt
- 9) Spritnachlauf - 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 beheizt

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 Tassen. Die Belüftung des geschlossenen Pumpenraumes erfolgt durch 2 Ventilatoren, welche Frischluft in den Raum drücken. Die Frischluft kann geheizt 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:	4.10 %
Wasser:	18.80 %
Butol:	72.07 %
Butanol:	1.62 %
höhere Alkohole:	0.70 %
Rückstand:	2.71 %
	<u>100.00 %</u>

2) Reinbutol (99.1%,

Acetaldehyd:	0.08 %	Siedeintervall: 4.5°C 20° = 1.006
Acetale:	0.16 %	
Ester:	0.14 %	
Croton	0.19 %	
Wasser:	<u>0.33 %</u>	
	0.90 %	

3) Rückbutol (66%)

Acetaldehyd:	0.27 %
Acetale:	8.54 %
Ester:	0.10 %
Croton	2.56 %
Wasser:	0.87 %
Rückstand:	20.75 %
	33.09 %

pH: 4.5

$d_{20}^0 = 1.004$

Siedeintervall
10° C

4) Rohsprit

Acetaldehyd:	0.63 %
Acetale:	0.53 %
Ester:	0.07 %
Crotonaldehyd:	0.18 %
Amine:	0.00 %
Wasser:	4.30 %
	5.71 %

Siedeanalyse:

91.4 % Sprit

5.6 % Wasser

3.0 % Butanol

$d_{20}^0 = 0.810$

5) Rohbutanol (73%)

Acetaldehyd:	0.26 %
Acetale:	6.04 %
Ester:	0.05 %
Croton	1.48 %
Wasser:	19.60 %
	27.43 %

Siedeanalyse:

2.9 % Sprit

19.4 % Wasser

72.9 % Butanol

4.8 % höh. Alk.

100.00%

pH: 4.2

$d_{20}^0 = 0.857$

6) Reinbutanol (99.8%)

Butyr:	0.06 %
Acetale	0.07 %
Ester:	0.04 %
Croton:	0.01 %
Wasser:	0.03 %
	0.21 %

$d_{20}^0 = 0.806$

H. Belegschaft

- 1 Betriebsführer
- 1 Betriebsassistent
- 1 Betriebsmeister
- 1 Zweitmeister
- 1 Betriebsschreiber
- 1 Postenmann für Tanklager
- 3 Tagesarbeiter (Jungens)
- 1 Putzfrau
- 2 Laboranten
- 4 Laborjungens

- pro Schicht:
- 1 Schichtmeister
 - 1 Postenmann
 - 10 Kolonnenfahrer (für jede Kol. 1 Fahrer)
 - 1 Pumpenwärter
 - 2 Tankwärter
 - 2 Mann Reserve

I. G. FARBENINDUSTRIE AKTIENGESELLSCHAFT WERK AUSCHWITZ

Bauleitung

Tag
14.5.42

Blatt
6

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.

A. Stoffbilanz

Kolonneneinsatz	l/h	10 500	1 515	8 600	6 720	1 000	925	705
Kolonneneinsatz	kg/h	10 450	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	l/h	1 515	510	2 020	6 770	79	218	635
Destillatabgabe E	kg/h	1 310	410	2 000	6 684	66	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	l/h	8 600	1)	6 720	3)	925	705	68
Sumpfabgabe	kg/h	8 800	1)	6 800	3)	784	572	58
Spez.Gew. des Sumpfes		1.022/20°		1.012/20°		0.847/20°	0.811/20°	0.850/20°
Rücklauf F	l/h	1 160	6 460	420	4 455	835	1 030	1 838
Rücklauf F	kg/h	1 000	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. Temperaturen (°C)								
Produkteingang Kolonne		75	30	80	148	15	123	138
Wiederaufkocher-Übergang		117	97	155	181	95	90	118
Kolonnenkopf-Übergang		87	78	28 - 33	123	81	120	136
Kolonnensumpf		114	96	152	177	92.5	14	14
Kondensator-Kühlwasser Eingang		14	14	14	14	14	40 - 48	38 - 45
" "		43 - 50	25 - 30	20 - 26	30	40 - 50		
C. Kühlwassermenge m ³ /h		24	82	80 - 180	160	6.6	-	10.5
D. Druck mm Hg								
Kolonnenkopf		30	115	34-40 abs.	31-33 abs.	0	20	20
Kolonnensumpf		105	255	140 "	123 "	60 - 65	80	70
Differenzdruck		75	140	96-100 "	90	60 - 65	60	50

B. Temperaturen (°C)

Produkteingang Kolonne	75	30	80	nach "	15	138
Wiederaufkocher-Übergang	1-7	97	155	184	95	118
Kolonnenkopf Übergang	87	78	28 - 33	123	81	136
Kolonnensumpf	114	96	152	177	92.5	14
Kondensator-Kühlwasser Eingang	14	14	14	14	14	38 - 45
" "	43 - 50	25 - 30	20 - 26	30	40 - 50	10.5
C. Kühlwassermenge m ³ /h	24	82	80 - 180	160	6.6	
D. Druck mm Hg						
Kolonnenkopf	30	115	34-40 abs.	31-33 abs.	0	20
Kolonnensumpf	105	255	140 "	123 "	60 - 65	70
Differenzdruck	75	140	96-100 "	90	60 - 65	50

C. Kühlwassermenge m³/h

D. Druck mm Hg	Kolonnenkopf	Kolonnensumpf	Differenzdruck
30	115	34-40 abs.	31-33 abs.
105	255	140 "	123 "
75	140	96-100 "	90
			20
			80
			60

D. Druck mm Hg

	Kolonnenkopf	Kolonnensumpf	Differenzdruck
30	115	34-40 abs.	31-33 abs.
105	255	140 "	123 "
75	140	96-100 u	90
		60 - 65	60 - 65
		60	60
		80	80
		20	20
		70	70
		50	50

b.w.

1) Sumpfabgabe: I Rohbutanol: 750 l/h, 650 kg/h, spez.Gew. 0.865/23°
II Butanolwasser: 254 l/h, 250 kg/h, spez.Gew. 0.990/23°

2) soll ca. 2.0 - 3.0 sein

3) wird nicht gemessen ca. 150 kg/h, Wert erhöht durch Rückbutol

10600/1