

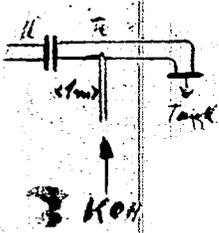
26.3.42

Destillation

Sto.

Butol-Destillation:

Das Rohbutol wird von der Hydrierung mit einem pH = 4,3 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 Schwinghelepumpen in die Rohbutolleitung kurz vor Eintritt in den Tank (Einspritzmenge ca. 1 l 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. phenyltahiisiert), 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 Prüden 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:	16% Wasser
16% Rohbutanol		5% Sprit
<u>64% Wasser</u>		<u>4% Rohbutanol</u>
100%		25%

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-Kolonne 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 50° C auszufahren und vor allem um das Kondensat nicht unter 50° C abzukühlen, da dieses sofort weiter destilliert werden soll, hat Schkopau etwa die Hälfte der Rohre des Kondensators mit Holzstopfen verschlossen.

Der Kolonnensumpf hat etwa folgende Zusammensetzung:

83% Butol	vom Einsatz:	62% Butol
12% Wasser		9% Wasser
<u>5% Rückstand</u>		<u>4% Rückstand</u>
100%		75%

Entwässerungskolonne:

Der Sumpf der ersten Kolonne wird auf den 10. - 15. Boden der 30 bödigen Entwässerungskolonne 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° heizen zu müssen, einer Temperatur, welche bereits zur teilweisen Zersetzung des Butols führen würde, wird die Entwässerungskolonne 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 aufrecht 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 auf 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 Entwässerungskolonne 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 NH₃/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

Tag
26.3.42

Blatt
3

gemessen. Es kann deshalb nicht zur Belüftung 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 geheizt zu werden, da das Wasser 50° 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 Wiederaufkocher erheblich gesteigert wird. (Leistung der Schkopauer Umwälzpumpe: 150 cbm/h bei 15 cbm Sumpf).

Im Sumpf der Kolonne II verbleiben

vom Einsatz: 62% Butol
4% Rückstand
66%

91% Butol
9% Rückstand
100%

Reinbutol-Kolonne:

Der Sumpf der Entwässerungskolonne wird ohne einen Vorwärmer zu passieren aus dem Vakuum auf den 10. - 15. Boden der 30.-bödigen 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.T. ein 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 25 mm, Sumpf 170 mm Hg). Das Vakuum wird durch eine Elmopumpe und einen Dampfstrahler erzeugt. Die im Butolteil verwandten Elmopumpen müssen unbedingt säurefest sein, da die abgesaugten Brüden sauer sind. Unbedingt haltbar sind V2A-Pumpen. Es genügt aber auch ein Chromstahl mit einem Mindestgehalt von 15% Chrom. Sehr gut ist auch Remanit 1610 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 Gußstahl 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 Elmopumpe 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
73% Rückstand
100%

vom Einsatz: 1.5% Butol
4.0% Rückstand
5.5%

26.3.42

4

Von dem eingesetzten Rohbutol werden also ca. 60% als Reinbutol gewonnen.

Die Temperaturen in der Reinbutol-Kolonne sind:

Kopf: 124° C
 Sumpf: 175° C
 Rücklauf v = 0.3

Der Rückstand kann nicht weiter von Butol befreit werden, weil der 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 zähe, 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 der 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 cbm/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 gekehrten 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 Ginabat-Kondensator 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 ausgefahren werden muss.

Der Dampfdruck in den Wiederaufkochern wird, abgesehen von der Butol-Vorlaufkolonne mit GST-Reglern mit Temperaturfühlern geregelt. Gegen die 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 Temperatur-Regler 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 ölig 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 würde bei Versagen des Überström- und ~~Sicherheits~~ventils 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.

26.3.42

6

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 je 2 Kolonne 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 geht über einen Blubbertopf, 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 einzublase. Der Stickstoff-Strom darf natürlich nicht so stark sein, daß der auftretende Druck die Messungen fälscht. Es wird empfohlen, an vielen Stellen der Kolonne Druckstützen 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 Sumpfabzanges mit Messdrossel und Ringwaage (Durchflussmesser ohne Zählwerk)
- 9) GST-Regler des Dampfdruckes im Wiederaufkocher. 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 Druckverkoher und einer Raschig-Ringsäule. Der Spritvorlauf enthält ausserdem noch Amine, welche ebenfalls vor Eingang in die Reinsprit-Kolonne 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-Kolonne mit ca. 8l/h NaOH 20%ig versetzt. Die Natronlauge wird mit Schwinghebeln 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 Ätznatronbetrieb ein Kesselwagen geliefert wird, welcher etwa zur Hälfte mit Wasser gefüllt ist. Dieser Kesselwagen wird im Ätznatronbetrieb 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 76%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 geheizt zu werden brauchen.

Sprit-Vorlaufkolonne:

Der schwach alkalische Butolvorlauf wird nach Passieren eines Vorwärmers mit einer Temperatur von ca. 70° C auf den 30. Boden der 60-bödigen Sprit-Vorlauf-Kolonne 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.

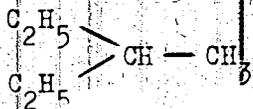
Als Baumaterial für die Kolonne wird Eisen benutzt. Auch Geistrohr und Vorlage können aus Eisen sein. Nur die Pumpe zur Förderung des Rücklaufes muß essigsäurefest sein. Während die Leitungen für diesen Vorlauf nicht geschützt sind, ist es dagegen erforderlich, den Vorratstank für diesen Vorlauf im Tanklager zu phenyltalisieren oder aus Aluminium zu erstellen, da das Produkt in der Hydrierung nachhydriert wird und die Hydrierung größte Schwierigkeiten hat, wenn der Spiritvorlauf 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 oppanolausgekleidete Tanks benutzt werden (z.B. auch für Butanol). Eine Oppanolauskleidung der Lagerbehälter für Hexanol ist dagegen ungeeignet, da Oppanol in Hexanol quillt. Die Vorlage für die Spirit-Vorlauf-Kolonne ist ca. 3 cbm groß. Der Sumpf der Spirit-Vorlauf-Kolonne läuft ohne Pumpen in ein Rührgefäß, welches auf die Spirit-Vorlauf-Kolonne entlüftet ist.

Im Sommer wird die Spirit-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 Spirit-Vorlaufes:

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



Alkalischer Verkocher:

Der Sumpf der Spirit-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, unbeheiztes Rührgefäß, in welches mit einer Zahnradschleuse über einen Ovalradmesser soviel 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 Zahnradschleuse große Schwierigkeiten gehabt. Die Zähne waren infolge Laugekorrosion beständig beschädigt.

Im Rührgefäß beginnt bereits eine Verharzung der Aldehyde. Die alkalische Flüssigkeit wird ohne Zwischengefäß mit einer Kreiselpumpe in den Druckverkocher gedrückt. Schkopau hat 2 Rührgefäße und 3 Pumpen hierfür zur Verfügung, und zwar eine mehrstufige und 2 I.G.S. 40 - Pumpen, welche sich sehr gut bewährt haben. Damit die Förderhöhe nicht zu groß wird (es ist gegen Druck zu fördern), wird der Verkocher zweckmäßig tief gesetzt. Der Verkocher muss für 3 atü ausgelegt sein. Es ist eine stehende Stahlröhre von 20 cbm Inhalt, in welche das Produkt unten eintritt und welche es oben verlässt. Der Verkocher hat keine Einbauten ausser einer Heizschlange welche möglichst groß zu wählen ist, da beheizte Flächen sehr schnell verharzen. Die Verharzung der Aldehyde wird im Druckverkocher beendet. Dieser muss von Zeit zu Zeit geputzt werden. (bei geringem Harzanfall etwa jedes Vierteljahr). Alkalisiergefäß, Pumpen, Verkocher und Leitungen setzen sich sehr leicht zu und müssen beständig unter Kontrolle gehalten werden. Eine Verstopfung wird dadurch auch augenfällig, daß die Pumpen nicht mehr fördern. Dieser Teil der Destillation muss unbedingt doppelt ausgelegt sein einschließlich Pumpen und Leitungen. Der Druckverkocher muss sowohl oben als auch unten mit mehreren Abgängen wegen der großen Gefahr der Verstopfung versehen sein. Ausserdem sind möglichst kurze ca. 50ger Leitungen zu wählen. Der Verkocher wird unter Druck gefahren.

Vom Druckverkocher spritzt das Produkt in eine Raschig-Kolonne. Ursprünglich hatte Schkopau in die Übergangsleitung ein Membranventil eingebaut, welches infolge Verharzung aber beständig versagte. Schkopau hat sich so geholfen, daß es die Übergangsleitung aus dem Druckverkocher zur Raschig-Säule so sehr verengte, daß der Druck sich über diese Leitung nicht entspannen kann.

Raschig-Kolonne:

Die Raschig-Kolonne besteht aus einem unteren, mit Raschig-Ringen gefüllten Teil und einigen aufgesetzten Böden. Da Böden bekanntlich eine wesentlich bessere Anreicherung des Tiefsiedenden bewirken, empfiehlt Schkopau, mindestens 10 Böden aufzusetzen, damit sich nach Möglichkeit aus dem den Raschig-Teil verlassenden Gemisch mit ca. 50% Wasser ein Azeotrop mit ca. 38% Wasser ausbildet. Bei zu geringer Bodenzahl besteht Gefahr, daß zuviel Wasser in die Rein-Sprit-Kolonne übertritt, sodaß der Butanolwasser-Anteil aus der Florentiner Flasche nach der Rein-Sprit-Kolonne sehr groß wird, unter Umständen sogar eine einwandfreie Trennung in Frage gestellt ist. Es ist nicht möglich anstelle der Raschig-Kolonne eine vollständige Glockenboden-Kolonne zu nehmen, weil die verharzten Aldehyde die Kolonne verstopfen würden.

Schkopau empfiehlt, den Rücklauf zur Belüftung der Raschig-Kolonne unmittelbar unter dem Eingang aus der Rein-Sprit-Kolonne zu entnehmen. Für Az war vorgesehen, die Belüftung der Raschig-Kolonne mit dem nach der Rein-Sprit-Kolonne aus der Florentiner Flasche anfallenden Butanolwasser vorzunehmen. Hierzu würde zweckmäßig das in der Butanol-Destillation anfallende Butanolwasser genommen, da Schkopau auf dem Standpunkt steht, daß dieses vor der weiteren Verarbeitung ebenfalls nachhydriert werden muß. Die Entnahme des Rücklaufes für die Raschig-Säule aus der Sprit-Kolonne hat den Nachteil, daß die anfallenden Butanolwasser gesondert aufgearbeitet werden müssen. Das nach der Rein-Sprit-Kolonne anfallende Butanolwasser kann nicht mit dem Butanolwasser der Butanol-Destillation vereinigt und hier in einer Hilfskolonne aufgearbeitet werden, da es nicht nachhydriert ist.

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 hochgezogen 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 vorzusehen, da dieser nach kurzer Zeit verharzt sein würde. Die Klärgrube ist eine einfache, mit Holz ausgekleidete 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 15. - 20. Boden der Rein-Sprit-Kolonnen aufgegeben. Der Aufgabeboden wechselt mit der Zusammensetzung der Brüden der Raschig-Kolonnen. Die Rein-Sprit-Kolonnen hat 70 Böden (Baumaterial Eisen). Diese hohe Bodenzahl ist unbedingt erforderlich, da in den Brüden der Raschig-Kolonnen nicht nur Wasser, sondern auch Butylacetal 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. Gegen die Messung des Sprits mit Ovalradzählern hat die Monopolverwaltung anfänglich Einspruch erhoben und verlangte die Messung mit dem ihr bekannten Siemens-Trommelzähler. 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 aushydriert sein und keine nennenswerte Menge Butyraldehyd mehr enthalten.

Der Rein-Spirit 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.

27.3.42

11

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 wasserhaltiges 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 aufgeheizt 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 ^{sonst} 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 ^{Butanol} 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 reduzierte 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 könnte 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.

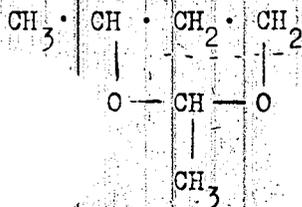
Butanol-Vorlauf-Kolonne:

Das Roh-Butanol wird durch Zusatz von 1 - 2 l/h NaOH 20%ig auf ein pH von 6 - 7 gestellt. Die Dosierung erfolgt auch hier durch Einspritzen der Lauge mittels Schwinghebeln 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



11.9.116

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. 5. - 10% des gesamten Butanols als Vorlauf übergetrieben. Der Rücklauf ist ca. 3-fach. Die Beheizung des Vorwärmers und des Wiederaufkochers dieser Kolonne erfolgt mit Niederdruckdampf. Das erhaltene Destillat wird diskontinuierlich aufdestilliert (die Aufgabe des Produktes auf die diskontinuierliche Kolonne muss sehr noch erfolgen, ungefähr auf den 20. von 30 Böden).

Entwässerungs-Kolonnen:

Der Sumpf der Butanol-Vorlauf-Kolonnen wird auf den 15. - 20. Boden der 30-bödigigen Entwässerungskolonnen aufgegeben. Es bereitet keine Schwierigkeiten, den Sumpf wasserfrei zu destillieren. Es ist aber unbedingt notwendig, Sorge zu tragen, daß sich das übergewöhnliche Azeotrop gut 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 auf 20°C gekühlte Kondensatablauf wird in einer Scheideflasche in 80%-wässriges Butanol und in Butanolwasser geschieden. Das gesamte wässrige 80%ige 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 Ginabat-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 Entwässerungskolonnen 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. 60 - 70 Moto)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 Acetylen.

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 Crotonsäure, welche unangenehm werden können, da sie bei höheren Temperaturen korrodierend wirken.

Ohne die Destillation des Hexantriols H wäre die Schkopauer diskontinuierliche Destillation bei weitem nicht ausgelastet. 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 wechselnde Mengen wässerigen Sprits. Wenn eine Probe dieses Vorlaufes, mit der 3-fachen Menge Wasser verdünnt, nur noch eine schwache Trübung infolge Ausscheidung zeigt, wird auf die nächste Vorlage umgestellt. Dieser Vorlauf wird aufgefangen 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 30% sek-Butanol enthält. Mengemäßig 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 unhydrierten 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 30 cbm kupferplattierte Blase ist als Rührblase ausgebildet. Nach Schkopauer Ansicht ist es

aber nicht unbedingt erforderlich, einen Rührer vorzusehen. 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 qm Heizfläche) versehen. Diese Anordnung wird von Schkopau nicht empfohlen, da es dort größte Schwierigkeiten bereitet hat, den dann 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, 35 Böden, 400 Abstand

Als Kondensator benutzt Schkopau einen Ginabat-Kondensator. Die Tauchung wurde aber aus folgenden Gründen entfernt: Bei hochgezogener Tauchung steht im Kondensator sehr viel Flüssigkeit. Es ist deshalb kaum möglich, kleine Zwischenfraktionen abzutrennen. Im besonderen ist es schwierig, die Kolonnen richtig zu beluttern. 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 den Kondensator noch ein kleines 50 l - Gefäß gesetzt, aus welchem beluttern wird. Auch bei großen Zwischenfraktionen ist diese Anordnung zweckmäßig, denn wenn aus einer großen Vorlage beluttern 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 doppelten Röhrenkühler zu wählen und den ersten als Deflegmator, den zweiten als Kondensator und Flüssigkeitskühler zu fahren. Aus dem ersten Kühler könnte ein Teilstrom zur Beluttern 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 Einsatzpaket Raschi ringe in den kurzaufsteigenden Ast über der Blase eingefügt. Diese Anordnung hat sich bei der Destillation hochsiedender Produkte - insbesondere des Triols H - sehr gut bewährt. Bei der Destillation des Triols H werden Wasser und Butol über die Kolonne, Triol H über den Kurzschluß destilliert. Schkopau fährt z.Zt. 200 Moto Triol H. In diese Menge ist eingeschlossen der aus dem zugefahrenen Hülser Butolrückstand gewonnene Anteil.

Vorlagen

Schkopau verfügt für die diskontinuierliche Kolonne über 3 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 Berieselung angebracht. Eine Beheizung ist nicht vorhanden. Die Vorlagen sind für Druck ausgelegt, da gelegentlich auch Acetaldehyd destilliert werden muss. An der diskontinuierlichen Kolonne sind ferner die üblichen Nebenapparate angebracht - Dampfstrahler, Stickstoffdruck-Leitung, Gluggerflasche - . Zur Umwälzung des Kolonnensumpfes sind 2 Pumpen vorhanden. Hiervon 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. Zu 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° C in einem Rührkessel kontinuierlich mit Säure und Wasser versetzt. Dabei fällt Kaliumsulfat und ein harziger Rückstand aus. Das Gemisch wird auf einem Drehfilter 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 geheizten Kesselwagen zu einer Schmutzhalde gefahren.

Pumpen und Vorlagen:

Die Förderung des Produktes von einer Kolonne zur andern erfolgt mit V2A-Pumpen. Es sind z.T. Kreisel- z.T. Zahnradpumpen. 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, auf 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 + 1 Reserve-Kolonne für Wasser Butol werden 4 Elmopumpen benötigt. In dem Pumpenraum zu ebener Erde stehen noch die Vorlagen für die Filtration (2 Vorlagen 5 cbm Eisen phenyltaliert) und 2 Triol-Vorlagen (2 cbm, aus Aluminium). Aus letzteren Vorlagen wird das Triol mit eisernen Zahnradpumpen ins Tanklager gefördert.

V das erste Filtrat

Fällkessel:

In der Triolfabrik stehen drei 8 cbm - 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. 2 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 800 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 Tiolfabrik besteht im wesentlichen aus einem großen Wiederaufkocher und einem darüber angeordneten Ausdampfraum mit vorgeschaltetem Raschigring-Paket (Baumaterial V2A). Es ist sehr schwierig aus dem zähen 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 einfacher Einspritzkondensator aus phenyltalisieretem Eisen.
- 2) für die Kondensation von Butol wird ein kleiner Ginabat-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 Aluminiumhaube. 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 Crotonsäure 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 geheizt und sehr gut isoliert sein. Tanks haben eine Sonderkonstruktion: Spitzboden zum Abschlammen des Satzes.
- 3) Spritvorlauf (Acetvorlauf) Drucktank aus phenyltalisierem Eisen, keine Heizung. Für nachhydriertes Produkt kein besonderer Tank vorhanden.
- 4) Reinsprit, Eisen, keine Heizung
- 5) Rohbutanol, Aluminium (Eisen unbrauchbar, Eisen phenyltalisiered oder mit Oppanol ausgekleidet brauchbar) - unbedingt Heizung vorsehen und gut isolieren.
- 6) Rohbutanol/hydriert, Eisen - Heizung vorsehen - gut isolieren.
- 7) Butanol-Wasser, Eisen - Heizung vorsehen - 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 gestört). An der Stirnseite der Tanks sind Umschaltventile angebracht. Hier sind freie Stützen vorzusehen, damit die Tanks durch Schlauchverbindungen miteinander verbunden werden können (an jedem Tank einen Wahlstützen vorsehen). Jeder Tank hat eine Wälzleitung, 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 berieselert werden. Diese Feuerlöschberieselung ist bisher nicht in Tätigkeit getreten. Dr. Ströbele bezweifelt aber, daß in Schkopau der Wasserdruck ausreicht, um alle

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 Schkopau die Standanzeige unmittelbar am Tank angebracht. Diese Tanks sind in Schkopau mit pneumatischer Messung mit Hg-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 Gluggerflasche, welche einen Anschluß hat für Druckstickstoff. Die Gluggerflasche nach Schkopauer Ausführung muss ca. 20 cm höher sein. In den Schkopauer Gluggerflaschen 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. Sprit, 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

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 gefördert werden, werden mit mehrstufigen Kreiselpumpen gefördert, da die Einspritzpumpen einen Vordruck von mindestens 2.5 atü benötigen. Die Butol-Rückstand-Pumpen haben einen offenen Kreisel.

Die Warmwasser-Heizung für die Butanalleitungen 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 10 qm. 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 in dem Pumpenhaus weiter aufzustellen:

3 8cbm - 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 erfreuliche 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, bzw. könnte die Destillation ganz fortfallen, wenn nur Triol H fabriziert wird und die Destillation in der diskontinuierlichen Kolonne durchgeführt wird.

VII. Verkaufstanklager:

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

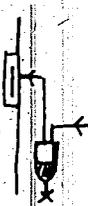
- a) 1 Aluminiumtank für Butanol zu 400 cbm.
- b) 2 eiserne Tanks für Sprit zu 400 cbm (für die Lagerung von Sprit genügt aber 1 Tank).

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.

1032



Feuerschutz:

In der großen Destillation ist eine Katastrophengrube nicht vorhanden. Der Boden der Destillation hat Gefälle zur Mitte. 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 Butandufür die kontinuierl. Kolonne
- 2 Kolonnenfahrer für Triol
- 1 Reserve-Kolonnen-Fahrer
- 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.