

1.4.42

Aldol - HydrierungI. Produktweg vor dem Hydrierofen

Das Reinaldol wird in Aluminiumleitung der Hydrierung vom Tanklager mit einer $\text{pH} = 5.7$, einer Temperatur von 30°C und einem Vordruck von ca. 4.0 atü zugefahren. Das Reinaldol wird nach der Destillation nur auf ca. 35° abgekühlt und hält auch im Tank seine Temperatur sehr gut. Mit einer Temperatur von 30°C ist Reinaldol gut zu fördern. Ein gewisser Vordruck ist unbedingt erforderlich, da die Einspritzpumpen (E.P.) bei einem Vordruck unter $2.0 - 2.5 \text{ atü}$ nicht mehr richtig arbeiten. Das zugefahrene Aldol wird im Maschinenhaus mittels Ovalradzähler gemessen. In einem Umgang ist ein zweiter Ovalradzähler als Reserve eingebaut. Ausserdem können beide Ovalradzähler durch einen Umgang umfahren werden. In Schkopau sind Manometer vor und hinter den Ovalradzählern nicht vorgesehen und werden auch für überflüssig gehalten. Am Eingang der Aldoleitung in das Maschinenhaus wird mit einer kleinen Bosch-Pumpe eine Durchschnittsprobe gezogen, um eine Tagesübersicht über das eingesetzte Aldol zu bekommen. Nach Angaben von Schkopau entwickelt Bopp & Reuther z.Zt. einen Ovalradmesser mit Probenzieher, sodaß sich in absehbarer Zeit der Einsatz der Bosch-Pumpe erübrigen würde. Parallel zur Aldoleinführungsleitung liegt eine Reserve-Aldoleitung, in welche auch Butol eingefahren werden kann. Diese Butoleinführung ist deshalb vorgesehen, weil das Fahren der Öfen mit Butol dann notwendig ist, wenn aus irgend welchen Gründen kein Aldol zur Verfügung steht, oder wenn die Produktion vorübergehend zurückgefahren wird. Um in diesem Falle die Aldol-Hydrierung nicht stilllegen zu müssen, wird Butol im Kreise gefahren. Allerdings muss hierbei berücksichtigt werden, daß in diesem Fall im Ofen keine Reaktionswärme auftritt. Es muss deshalb der Gasvorwärmer eingeschaltet werden.

Das im Ovalradzähler gemessene Aldol fließt in eine Sammelleitung, welche im Boden des Maschinenhauses vor den E.P. liegt. Zum Abfangen der Stöße der E.P. (Plunger-Pumpe) ist am Eingang ein Windkessel auf die Sammelleitung aufgesetzt. Auf den Windkessel wird ein Stickstoffdruck von ca. 6 atü gestellt, welcher von Hand nach einem Flüssigkeitsstandglas aus einer Stickstoffdruck-Flasche, welche aus der Fabrikleitung aufgefüllt wird, von Zeit zu Zeit aufgedrückt werden muss, da sich Spuren Stickstoff im Aldol lösen.

Von der Sammelleitung fließt das Aldol stichweise über Ovalradmesser zu den einzelnen E.P. Auf der Saugleitung jeder E.P. ist nochmals ein kleiner Windkessel angebracht, welcher restliche Stöße abfangen soll. Der Windkessel ist nicht in Hochdruck ausgeführt. Auf dem Aldol in dieser Pufferflasche steht ebenfalls ein Stickstoffdruck von $6 - 8 \text{ atü}$, welcher gleichfalls je nach Verbrauch aus der Fabrikleitung nachgefüllt wird. Auf der Pufferflasche ist ein Sicherheitsventil angebracht, welches unmittelbar in die Fabrikabwasserleitung entleert.

Die E.P. sind Plungerpumpen mit 3 parallel arbeitenden Kolben. Durch Verstellung der Ventile jedes Kolbens kann die Leistung der Pumpen stufenweise geregelt werden. Bei den älteren Pumpen arbeiten die einzelnen Kolben auf einen Sammelkanal, welcher in einem Block vor der Pumpe liegt. Bei den neueren Pumpen arbeiten die Kolben auf getrennte Leitungen, welche hinter der Pumpe vereinigt werden. Diese Neuerung hat sich nach Schkopauer Angaben nicht bewährt

Die Kolbenschmierung der E.P. erfolgt mit Butol, während das Kurbelwellenlager noch mit Maschinenöl geschmiert wird. Ein Versuch, auch dieses mit Butol zu schmieren, hat ein negatives Ergebnis gehabt, der Versuch wird aber wiederholt. Schkopau verfügt über 6 E.P. und 3 Reserve-Pumpen.

Von der Druckseite der E.P. fließt das Aldol über eine Siebkerze aus V2A-Gewebe (Form eines Zuckerhutes) und ein Rückschlagventil zur Hochdruckverteilung der Maschinenstände, wo durch ein kompliziertes Schaltungsschema die Verteilung der Flüssigkeit auf die einzelnen Kammern erfolgt. Die Verteilung wird so vorgenommen, daß für jede Kammer eine E.P. arbeitet. Der Abschluß einer Leitung erfolgt hier wie ganz allgemein bei Hochdruckarbeiten durch 2 Ventile mit dazwischen liegender Entspannung. Die Entspannung erfolgt über eine Leitung in einen Topf, welcher von Zeit zu Zeit von Hand in ein Auffanggefäß ausserhalb des Maschinenhauses entleert wird. Durch diese Anordnung ist eine beständige Kontrolle über Undichtigkeit möglich. Im Maschinenhaus wird der durch die E.P. erzeugte Kompressionsdruck von einem Hochdrucksmanometer angezeigt. Nach der Verteilung fließt das Aldol über einen Vakuum-Dampfvorwärmer und ein elektrisch bedientes Katastrophenventil am Ofenkopf von oben in die Ofenkammer. Das Katastrophenventil ist natürlich normalerweise geöffnet. Bei Gefahr im Verzuge kann es im Maschinenhaus durch Betätigung eines Druckknopfes (hinter Glas) elektrisch geschlossen werden. Die Öffnung dieses Ventils muss von Hand erfolgen.

Bisher arbeitet in Schkopau für jede Ofenkammer eine besondere E.P. Schkopau bemüht sich aber darum, eine Umkonstruktion derart vorzunehmen, daß mehrere E.P. auf eine Sammelleitung arbeiten, von welcher das Aldol mittels Ventilen auf die einzelnen Öfen dosiert wird. Diese Schaltung hat den großen Vorzug, daß die hohe Reservestellung an Pumpen vermieden wird. Die Schaltung setzt aber voraus eine absolut einwandfreie Konstanthaltung des Druckes des Aldols in der Sammelleitung auch bei schwankender Ofenbelastung. Zum ändern muss in diesem Falle eine Mengemessung des Aldols unter einem Druck von 300 atü durchgeführt werden. Bisher werden Flüssigkeitsmesser für solch' hohe Drucke nicht geliefert.

Vakuum-Dampfvorwärmer:

Der Vakuum-Dampfvorwärmer steht auf der 10 m -Bühne unterhalb des Ofenkopfes. Es ist ein nicht sehr tiefer Kasten, in welchem die Aldolleitungen in Haarnadeln in Etagen übereinander geschichtet sind. Auf die Leitungen sind nach Art von Liebig-Kühlern Dampfmäntel aufgeschweißt und hintereinander geschaltet. In den Dampfmänteln wird zunächst ein Vakuum mit einem Niederdruckdampf-Körting erzeugt, welcher an der Aussenwand des Ofen-Bedienungshauses befestigt ist. Wenn das erforderliche Vakuum vorhanden ist, wird der Körting abgeschaltet und Niederdruckdampf in einer solchen Menge in die Dampfmäntel eingeblasen, daß die gewünschte Temperatur in den Dampfmänteln herrscht. Der Dampf kondensiert, das Kondensat fließt über einen Kondensat-Behälter mit Flüssigkeitstauchung und Kondensstopf ab. Kondensat-Behälter und Kondensstopf stehen zu ebener Erde, sodaß die Flüssigkeitstauchung als barometrisches Fallrohr wirkt und entsprechend dem Vakuum mit Kondenswasser gefüllt ist. Die Vakuum-Dampf-Vorwärmer arbeiten in Schkopau sehr gut. Das Vakuum hält ca. 1/4 Jahr ohne erneuert zu werden. Abgesehen von dem gelegentlich eingesetzten Gas- orwärmer ist der Vakuum-Dampfvorwärmer der einzige Dampfverbraucher in der Aldolhydrierung. Der Dampfverbrauch ist aber so gering, daß die in der Hydrierung anfallenden Dampfkosten nur eine untergeordnete Bedeutung haben.

Tag
2.4.42

Blatt
3

Werkstoff:

Grundsätzlich ist zu sagen, daß alle unter Druck stehenden Flüssigkeitsleitungen einer starken Korrosion unterworfen sind. Hochdruckfester Stahl hält dieser Korrosion nicht stand. Kupfer ist einigermaßen beständig. Deshalb sind die Flüssigkeitsleitungen auch sämtlich ausgekuppert. Der Übergang von der Niederdruck-Aluminium-Leitung vor den E.P. in ausgekupperte Hochdruckleitungen beginnt ca. 4 m vor den E.P. Die sich anschließenden Apparate, Leitungen und Ventile sind sämtlich innen ausgekuppert, also auch der Vakuum-Dampf-Vorwärmer.

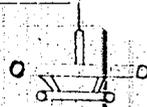
II. Hydrier-Ofen

Der Hydrierofen ist ein stehender, innen ausgekuppelter Zylinder aus hochdruckfestem Stahl, in welchen der Hydrierkontakt auf eine im Boden eingesetzte Filterkerze und eine darüber angeordnete kurze Raschigringschicht lose aufgeschüttet ist. Während der Wasserstoff seitlich in den Ofenkopf eingefahren wird, fließt das vorgewärmte Aldol von oben über einen Flüssigkeitsverteiler auf den Kontakt. Bei dem z.Zt. in Schkopau verwandten Kupfer-Chrom-Kontakt beträgt die Eingangstemperatur des Aldols $60 - 70^{\circ} \text{C}$, bei Versuchen mit Nickelkontakt, welcher eingesetzt werden könnte, sofern hochgereinigter Wasserstoff zur Verfügung steht, konnte die Aufgabetemperatur auf 35°C gesenkt werden. Die Hydrierung ist eine exotherme Reaktion. Die Hauptreaktionszone liegt im oberen Teil des Ofens, wo bei der augenblicklichen Fahrweise mit Kupfer-Chrom-Kontakt Temperaturen von $120 - 130^{\circ}$ gemessen werden. Das Reduktionsgemisch fließt mit dem überschüssigen Wasserstoff am Boden des Ofens ab.

Verteiler-Böden:

Die Reduktion des Aldols bereitet keine großen Schwierigkeiten. Das wichtigste Problem, welches zu lösen war, bestand darin, das im Ofenkopf aufgebene Aldol einwandfrei zu verteilen. Schkopau fährt das Produkt durch den Ofenkopf in einen waagrecht liegenden äußeren Ring, welcher durch 4 Zuleitungen mit einem inneren Ring verbunden ist, aus welchem das Aldol durch kleine, über den ganzen Ring verteilte Öffnungen auf einen Glockenboden ausfließt. Der Glockenboden soll das Produkt gleichmäßig über die Kontaktschicht verteilen. Deshalb sind die Hälse der Glocken auf genau gleiche Höhe gesetzt und sehr scharfkantig abgeschnitten sowie überdacht, sodaß das Aldol zunächst auf dieses Dach, dann auf den Boden und schließlich gleichmäßig über den Hals als Wehr nach unten fließt. Diese umständliche Anordnung hat nach Schkopauer Ansicht aber nur dann einen wirklichen Sinn, wenn der Ofen und damit der Glockenboden seine Lage nicht verändert. Schkopau hat deshalb an jedem Ofen ein Senkblei mit Markierung angebracht und bei Einbau des Ofens die senkrechte Lage markiert. Tatsächlich hat sich ergeben, daß verschiedene Öfen bereits erheblich von dieser Senkrechten abweichen, sodaß die erwartete gute Flüssigkeitsverteilung im Ofenkopf nicht mehr gewährleistet sein wird. Schkopau hat deshalb den Gedanken ausgesprochen, den Glockenboden kardanisches aufzuhängen, hat diesen Gedanken aber nicht weiter bearbeitet, da die Ausführung ausserordentlich schwierig sein wird.

Schkopau hat das Problem der Flüssigkeitsverteilung im Ofenkopf durch Technikumsversuche einer erneuten Bearbeitung unterzogen. Die Versuche bezweckten, das Aldol mit dem eingefahrenen Wasserstoff in Mischdüsen zu versprühen.



Diese vielversprechenden Versuche mussten aber wegen Mangels an Bearbeitern eingestellt werden. Die Vorversuche haben jedoch gezeigt, daß es möglich ist, mit Mischdüsen einen Aldol-Wasserstoff-Schaum zu erzeugen, welcher durch einen Raschigringtopf und Ringdüsen auf den Kopf aufgegeben werden kann. Der Vorteil einer solchen Aufgabevorrichtung liegt darin, daß es nicht mehr notwendig wäre, das Aldol vor Eintritt in den Ofen im Vakuum-Dampfvorwärmer aufzuheizen. Der einzige dampfverbrauchende Apparat würde damit fortfallen. Die dem Aldol hier bisher zugeführte Wärme muss dem System natürlich zugeführt werden. Dadurch, daß der Kreiswasserstoff auf höhere Temperaturen vorgeheizt wird. Dieses Aufheizen des Kreiswasserstoffes erfolgt im Regenerator im Gegenstrom mit dem den Ofen verlassenden Produkt-Gas-Gemisch. Die hier zur Verfügung gestellte Reaktionswärme reicht bei weitem aus, um auch die zusätzliche Aufheizung des Kreiswasserstoffes zu gewährleisten. Da im Regenerator Überschusswärme in erheblichem Umfang zur Verfügung steht, ist eine solche Fahrweise sogar erwünscht, weil dadurch der Gas- und Produktkühler, in welchem das Produkt nach Verlassen des Regenerators auf 30° gekühlt wird, entlastet und verkleinert werden könnte. Schkopau rechnet damit, daß bei Einführung der Verdüsung und Reduktion mit Nickelkontakt die Wärmebilanz der Reduktion sich so verbessern würde, daß die Kühlfläche des Gas- und Produktkühlers um 30-50% reduziert werden könnte. Ein weiterer Vorteil der Mischdüsen wäre, daß das Aldol sich mit Wasserstoff sättigt bevor es in den Ofen eingefahren wird. Dieser Vorgang spielt sich z.Zt. ~~noch~~ im oberen Teil des Ofens ab. Der hierfür benötigte Kontaktraum geht damit für die eigentliche Reduktion verloren.

Die ersten Schkopauer Hydrieröfen hatten seitliche Einführungen, in welche kaltes, und im unteren Teil des Ofens auch warmes Kreisgas eingeführt werden konnte. Schkopau bezweckte damit, im oberen Teil bei zu starker Reaktion zu kühlen und im unteren Teil zur Vervollständigung der Reaktion aufzuheizen. Nach mehrjährigen Erfahrungen hat sich aber herausgestellt, daß die seitlichen Einführungen von Kreiswasserstoff nicht notwendig sind. Insbesondere ist es nicht zu empfehlen, im unteren Teil des Ofens warmes Kreisgas einzuführen, da dieses zum Verbacken des Kontaktes führt. Schkopau wird bei neueren Öfen diese Anordnung fallen lassen und hat auch bei bestehenden Öfen schon weitgehend die entsprechenden Ventile und Leitungen abmontiert. An den seitlichen Einleitungsstellen des Kreiswasserstoffes befindet sich im Innern des Ofens eine Schnürung. Diese hält Schkopau für wichtig zur Sammlung und erneuten Verteilung des Flüssigkeitsstromes auf den Kontakt.

Hydrierkontakt:

Der Hydrierkontakt wird in Lu hergestellt und nach Bedarf nach Schkopau geliefert. Schkopau trägt sich mit dem Gedanken, Bunker anzulegen, welche die Lagerung eines Jahresbedarfes an Kontakt ermöglichen. Der Kontaktverbrauch beträgt ca. 1 kg/t Butol. Die einzelnen Bunker sollen ca. 30 cbm fassen. Der gelieferte Kontakt hat etwa folgende Größenverteilung (roh gesch.

4 - 3 mm	5%
3 - 2 mm	38%
2 - 1 mm	15%
1 - 0.75 mm	10%
kleiner als 0.75 mm	2%

Vor Einsatz wird der Kontakt auf einem Schwingsieb vom Staub befreit. Die Einführung des Kontaktes erfolgt durch einen Füllschlauch, welcher der Länge nach aufgeschlitzt und auf die benötigte Länge zusammengeschnürt ist. Er wird auf ein Y eines 5 cbm-Fülltopfes aufgezogen und nach Maßgabe der Ofenfüllung hochgezogen. Der Füllschlauch wird dabei gleichzeitig aufgeschnitten und das aufgeschnittene Ende aufgerollt (Vorgang wie bei einem aufgeplatzten Gummischlauch, welcher auf ein zu weites Glasrohr aufgezogen werden soll und hierbei beständig weiter aufreißt). Der Kontakt-Fülltopf wird durch den Kran auf die oberste Ofenbühne hochgezogen.

III. Produktweg nach der Hydrierung

Das Produkt verlässt den Hydrierofen unten und fließt durch die Röhren des schon erwähnten Wärmeaustauers (Regenerator), wo es auf ca. 70° abgekühlt wird. Die weitere Abkühlung auf ca. 25° erfolgt in einem Gas- und Produkt-Kühler, einem System hintereinander und parallel geschalteter Liebig-Kühler, welche von Flusswasser durchströmt sind. In einem hieran sich anschließenden Produktabstreifer trennt sich der Wasserstoff vom Rohbutol, welches durch den Druck im Produktabstreifer in einen Aluminiumtank auf die 10 m-Bühne gefördert wird. Hier gibt das Rohbutol das restliche Gas ab. Es fließt dann über ein Schauglas (Tutolquelle) über Siemens-Trommelzähler mit Probeschöpfern zur Bestimmung des Tankdurchschnittes in einen zuebenen Erde stehenden Aluminiumtank. Von hier wird mit Silumpumpen zur Destillation gefördert. In diese Förderleitung ist eine Drossel eingebaut, deren Betätigung ein Einfahren von Butol in die Reserve-Aldolleitung ermöglicht. Das pH des Rohbutols ist 4.3₃₀. Die Verschiebung des pH von 5.7 auf 4.3 bei der Hydrierung wird einmal/erklärt, daß bei der Hydrierung durch Ester-spaltung organische Säuren auftreten oder das Reinaldol noch die aus der Acetylenreinigung stammenden chlorierten Kohlenwasserstoffe enthält, welche in der Hydrierung Anlaß zur Bildung von Chlorwasserstoff geben.

Regenerator:

Der Regenerator besteht aus einem in einen Hochdruck-Zylinder eingesetzten Röhrenbündel von 121 Röhren, deren Wandstärke nicht sehr groß ist, da sie lediglich für einen Differenzdruck von 25 atü ausgelegt werden brauchen. Um die Röhren sind Schikanen angebracht, welche eine Führung des Kreisgases senkrecht zu den Röhren gewährleisten. Die Röhren sind innen verkupfert. Der Regenerator ist nach aussen nicht wärmeisoliert, da Überschusswärme anfällt und daher eine Wärmeabstrahlung erwünscht ist.

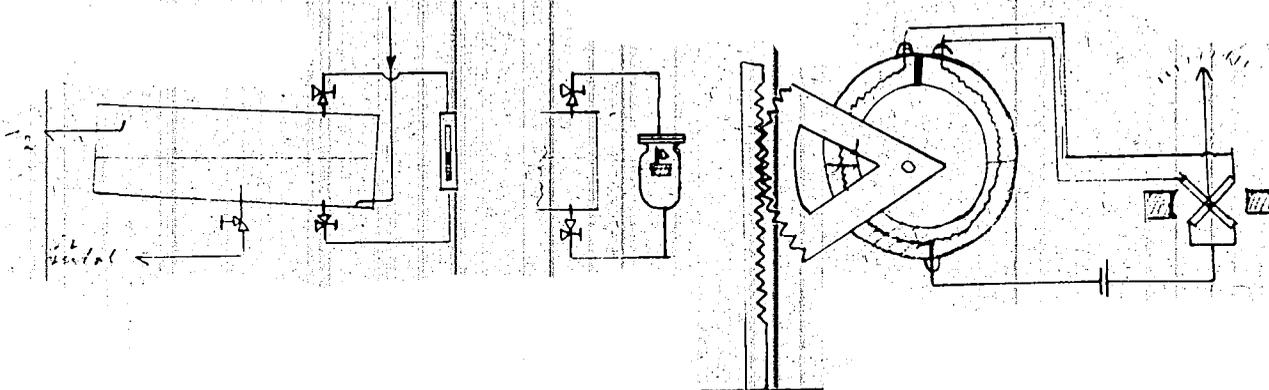
Produkt- und Gaskühler:

Der Kühler besteht aus 32 alten, je 24 m langen Hochdruckröhren von 70 mm lichter Weite und 100 mm Aussendurchmesser. Auf die Rohre sind Kühlmäntel aufgezogen und an den Enden mit Stopfbüchsen abgedichtet. Je 8 Rohre liegen übereinander und ihre Kühlmäntel sind hintereinander geschaltet. Es entstehen so 4 Abteilungen, die dadurch parallel geschaltet sind, daß zunächst zwei nebeneinander liegende Abteilungen sich in einer gemeinsamen Ein- und Ausgangsleitung vereinigen und daß diese beiden Leitungen wiederum in einer gemeinsamen Ein- und Austrittsleitung zusammengefasst sind. Der Kühlwasser-

Fluss ist in gleicher Weise auf die 4 Abteilungen aufgeteilt, geführt und wieder zusammengefasst. Der K-Wert des Kühlers wird mit 200 angenommen. Die Hochdruckröhren sind innen verkupfert, aussen atramentiert. Der Kühlwasser-Mantel ist auf der Innenseite mit Grundrot ausgegossen. Die Atramentierung hat sich sehr gut bewährt. Bisher hatte Schkopau dadurch große Schwierigkeiten, daß sich in den Kühlmänteln Rost und Schlamm abschied und zu Verstopfungen führte. Das in den Kühlern stehende Wasser gefror im Winter, was zu unliebsamen Betriebsstörungen führte. Seitdem die Atramentierung eingeführt worden ist, sind Verstopfungen oder überhaupt Schlammablagerungen im Produkt- und Gas-Kühler nicht mehr beobachtet worden. Die Gas- und Produkt-Kühler sind auf einer besonderen Kühlerbühne montiert. In Schkopau sind 6 Kühler so aufgestellt, daß je 3 nebeneinander und 2 hintereinander angebracht sind. Sie bestimmen damit die Baubreite der Aldolhydrierung.

Produktabstreifer:

Der Produktabstreifer ist eine liegende, gegen die Waagerechte um 7° geneigte Stahlflasche, in welcher am Tiefpunkt das Gas-Flüssigkeits-Gemisch eingeführt und aus welcher an der höchsten Stelle der Kreiswasserstoff abgezogen wird. Auf der Unterseite der Flasche, etwa in der Mitte wird das Rohbutol ausgetragen. Im Produktabstreifer muss der Flüssigkeitsstand peinlichst genau eingehalten werden, damit auf keinen Fall Flüssigkeit in die Gasumlaufpumpe eindringt. Zu diesem Zweck ist an jedem Produktabstreifer eine Hochdruckflüssigkeitsstandanzeiße von besonderer Konstruktion angebracht. Diese Standanzeiße hat verschiedene Ausführungen. Allen gemeinsam ist, daß der Abstreifer auf der Oberseite im Gasraum und auf der Unterseite im Flüssigkeitsraum je eine Abgangsleitung mit Kegelventilen hat welche zusammengeführt werden

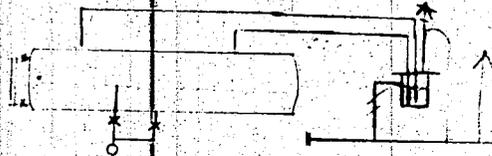


- 1) In den ältesten Ausführungen ist in diesen aus dem Abstreifer herausgeführten Leitungsring ein beleuchtetes Hochdruckschauglas eingefügt. Auf der so sichtbar gemachten Flüssigkeitsoberfläche schwimmt ein Schwimmer, welcher beobachtet wird. Der Flüssigkeitsabgang aus dem Abstreifer wird mit einem im Ofenbedienungshaus betätigten Ventil so einreguliert, daß der Schwimmer beständig über einer Marke schwebt.
- 2) An die Anschlüsse ist eine Pfeleidererwaage angeschlossen, welche aber nicht funktioniert.

- 3) In dem Leitungsring liegt ein Hochdrucktopf, welcher von der Flüssigkeit halb erfüllt ist. Auf der Flüssigkeitsoberfläche schwimmt ein Schwimmer mit Zahnstange. Die Zahnstange greift in ein Zahnsegment, an welchem eine Quecksilber-Ringwaage befestigt ist. In die Ringwaage ist ein blanker Widerstandsdraht eingelegt, welcher durch eine Drahteinführung in das Quecksilber in 2 Widerstandskreise geteilt ist. Das Widerstandsverhältnis der beiden Kreise ändert sich nach Lage der Ringwaage. Als Empfangsgerät ist ein kleines Kreuzspulgerät angeschlossen, das auf das Verhältnis der Teilströme in den beiden Widerstandszweigen anspricht. Eine entsprechende Änderung des Flüssigkeitsstandes wird so praktisch ohne Verzögerung genau angezeigt und kann bei Einschaltung eines Schreibgerätes auch genau registriert werden.

Aluminiumtank auf der 10 m-Bühne

Es ist ein liegender Tank, in welchen das Rohbutol von oben zufließt. Hier erfolgt die unregelmäßige Entgasung. Zur Entfernung der Restgase sind oben auf dem Tank zwei Gasabgänge angebracht (1 dünne und 1 dicke Leitung), welche in einen Tauchtopf mit Butolwasser geführt sind. Die Entlüftungen der Tauchtöpfe sind in eine Sammelleitung vereinigt, welche über Dach entgast. Das Rohbutol läuft unten aus dem Kessel über einen Überlauf ab. Der Flüssigkeitsstand im Tank ist durch ein Flüssigkeitsstandglas sichtbar gemacht. Ausserdem ist unten am Tank eine Entleerungsleitung angebracht. Überlauf- und Entleerungsleitung münden in einem Schauglas (Butolquelle). Von hier nimmt das Produkt den beschriebenen weiteren Weg zur Destillation.



IV. Wasserstoff-Kreislauf

Die Aldolhydrierung wird mit Wasserstoff von 300 atü durchgeführt, welcher in großem Überschuss angewandt und beständig umgewälzt wird. Entsprechend dem Verbrauch reichern sich Inertgase an, sodaß ein Teil des umgewälzten Wasserstoffs beständig aus dem Kreislauf heraus entspannt und dafür Frischwasserstoff zugeführt werden muss. Schkopau bezieht seinen Wasserstoff mit einem Vordruck von 200 atü und wechselndem CO-Gehalt aus Leuna. Er wird in einem Kompressorenbau auf 300 atü komprimiert und in einer besonderen Kammer vom CO befreit. Da der Arbeitsdruck von 300 atü genau eingehalten und nach Maßgabe der Ofenbelastung gesteuert werden muss, steht Schkopau auf dem Standpunkt, daß es zu empfehlen ist, den Wasserstoff im eigenen Betrieb auf den notwendigen Enddruck zu komprimieren.

Der Wasserstoff-Kreislauf lässt sich in 3 Teile unterteilen:

1) Pumpenseite

Sämtliche Umwälzpumpen (U.P.) drücken auf eine Verteilerleitung (Maschinenstrang Druckseite) und saugen aus einer Verteilerleitung ab (Maschinenstrang Saugseite).

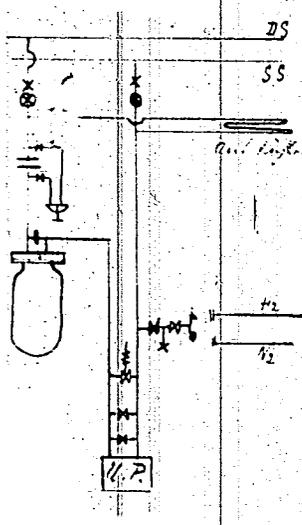
2) Zwischenstränge

Die beiden Maschinenstränge sind über Flüssigkeitsabscheider mit je einer Leitung mit 2 weiteren Verteilerleitungen (Kammerstränge) verbunden.

3) Kammerseite

Die Wasserstoffzufuhr zu sämtlichen Öfen erfolgt aus einer Verteilerleitung (Kammerstrang Druckseite). Der sämtliche Öfen verlassende Wasserstoff wird in einer Verteilerleitung gesammelt (Kammerstrang Saugseite).

Diese Schaltung hat den Vorzug, daß eine oder mehrere Umwälzpumpen wahlweise auf einen oder mehrere Öfen arbeiten können, ohne daß große Umschaltungen notwendig sind.

1) Pumpenseite:

Die Gas-U.P. sind große U.P. mit liegendem Zylinder und Sattelmotor. Die Motoren sind an 2 Stromkreise angeschlossen, an einen Nord- und Südstromkreis. Die Umschaltung von einem zum anderen Stromkreis erfolgt automatisch bei Ausfall eines Stromkreises. Die Pumpen sind für einen Differenzdruck von 25 atü ausgelegt. Es wird aber nur mit einem Differenzdruck von 14 atü gefahren. Schkopau verfügt über 6 U.P. einschließlich Reserve. Auf der Saugseite der Pumpe ist eine große Filterkerze montiert, welche zum Anfahren oder besonders bei Reparaturen sehr wichtig ist, da bekanntlich die Schlosser die Rohre als Ablage für Zigaretten usw. benutzen. Die Schmierung der Zylinder und auch der Kreuzköpfe erfolgt mit Butol, was sich bewährt hat. An jeder Pumpe befindet sich eine in Niederdruck ausgeführte Stopfbüchsenentspannungsleitung, welche in einen ausserhalb des Maschinenhauses aufgestellten Abscheider führt. Dieser wird von Zeit zu Zeit entleert. Auf dem Abscheider ist eine Platzscheide aus Blei angebracht sowie eine Entlüftungsleitung über Dach. In die Entlüftungsleitung ist zur Messung des entspannten Gases eine Messdrossel mit Ringwaage eingebaut. Ausser einem Ventil an der U.P. befindet sich an der Stopfbüchsenentspannungsleitung kein weiteres Ventil. Hinter dem Ventil ist die Leitung also ständig offen. Ferner ist an der U.P. eine in Hochdruck ausgeführte Entschlammungsleitung angebracht. In die Leitung sind unmittelbar an der Pumpe 2 Ventile mit dazwischen befindlicher Entspannung eingebaut. Die Entschlammungsleitungen führen in eine Sammelleitung und von hier in einen ausserhalb des Maschinenhauses aufgestellten Hochdrucksammeltopf, welcher über Dach entlüftet ist. Ausser dem von Hand betätigten Bedienungsventil an der Maschine ist auch hier kein weiteres Ventil aber auch kein Messinstrument in die Leitung eingebaut.

Druck- und Saugleitung der U.P. führen stichweise aus dem Maschinenhaus heraus. Die beiden Leitungen sind an der Rückwand des Maschinenhauses durch 3 Umgänge miteinander verbunden. Im ersten Umgang befindet sich ein Grobregulierventil, im zweiten Umgang ein Feinregulierventil, im dritten Umgang ein Überströmventil, welches bei 350 atü anspricht. Die Regulierventile in den Umgängen werden vom Maschinenhaus bedient. Diese Umgänge werden in Schkopau beim Anfahren benötigt (der Anfahrkühler wird kaum noch gebraucht). Das Überströmventil darf auf keinen Fall eine Absperrung haben, da die Pumpe doch nicht gefahren wird, wenn dieses Ventil nicht in Ordnung ist. Auf der Saugseite der Pumpe sind hinter den drei Umgängen auch auf der Rückwand des Maschinenhauses Auffüll-Leitungen für Wasserstoff und Stickstoff verlegt. Sie sind mit Zwangskrümmern an die Saugseite angeschlossen, d.H. die Krümmer werden bei Bedarf einge-

baut. Die Auffüll-Leitungen sind an die Rückentspannungsleitung angeschlossen. Die Druckseite der U.P. führt in eine große Pufferflasche. Dahinter befindet sich eine Drosselscheibe, welche eine Messung der Pumpenleistung mittels Ringwaage gestattet.

Druck- und Saugseite der Pumpe sind auf eine Rohrbrücke geführt, wo sie in die auf die Rohrbrücke verlegten Maschinenstränge münden. Vor Eingang in die Maschinenstränge sind Druck- und Saugseite der Pumpe durch 2 Ventile mit dazwischen befindlicher Entspannung abzusperrbar. Das der Pumpe abgewandte Ventil ist ein elektrisches Bedienungsventil (Doppel-Kegelrad mit Rutschkupplung), das der Pumpe zugewandte Ventil wird von Hand betätigt. Kurz vor diesen Ventilen, also auf der Pumpenseite werden die Leitungen für den Anfahrkühler abgezweigt.

2) Zwischenstränge:

Die beiden Maschinenstränge auf der Rohrbrücke sind ebenso wie die beiden Kammerstränge durch 2 Doppelventile in jedem Strang (je ein elektrisches und ein Handventil) etwa in der Mitte in 2 Teile geteilt, sodaß bei Beschädigungen auf einer Seite alle Öfen mit einem halben Maschinenstrang und 3 U.P. bzw. 3 Öfen mit allen U.P. gefahren werden können. Zwischen die beiden Doppelventil-Gruppen ist in jedem Strang ein T-Stück eingebaut. Zwischen diesen 4 T-Stücken liegen die beiden Verbindungsleitungen, welche die Maschinenstränge mit den Kammersträngen verbinden.

Der Zwischenstrang Druckseite führt von der Rohrbrücke zunächst auf einen Flüssigkeitsabscheider, ein liegendes, um 7° gegen die Waagerechte geneigtes Hochdruckgefäß, in welchem vor allem Öl zurückgehalten wird. Eine Umgangsleitung um diesen Abscheider braucht nicht vorgesehen zu werden, da ein Fahren der Hydrierung ohne Abscheider wegen der ausserordentlich harten Stöße völlig unmöglich ist. Vom Abscheider führt der Zwischenstrang Druckseite auf die Rohrbrücke zurück und mündet in den Kammerstrang Druckseite. Vor Eintritt in den Kammerstrang zweigen vom Zwischenstrang ab:

- a) aus einem T-Stück ein Umgang zur Saugseite (Rückentspannungsleitung)
- b) eine Messleitung zum Differenzdruck-Schreiber
- c) eine Messleitung zum Doppeldichte-Schreiber
- d) eine Sammelleitung für verschiedene Messungen
- e) ausserdem ist in die Leitung eine Messdrossel eingebaut, mit welcher mittels Ringwaage die gesamte Wasserstoffmenge gemessen wird.

Der Zwischenstrang Saugseite führt vom Kammerstrang Saugseite ebenfalls auf einen Flüssigkeitsabscheider, für welchen ein Umgang aus den genannten Gründen ebenfalls nicht vorgesehen zu werden braucht. Zwischen Kammerstrang und Abscheider Saugseite zweigen folgende Leitungen ab:

- a) auch in diese Messleitung ist eine Messdrossel mit Ringwaage zur Messung des gesamten Rückwasserstoffes eingebaut.
- b) eine Sammel-Meßleitung
- c) eine Meßleitung zum Doppeldichte-Schreiber
- d) eine Meßleitung zum Differenzdruck-Schreiber
- e) aus einem T-Stück ein Umgang zur Druckseite (Rückentspannung)
- f) kurz vor dem Abscheider ist ein T-Stück eingebaut, an welches die Fremdgasentspannungsleitung angeschlossen ist.

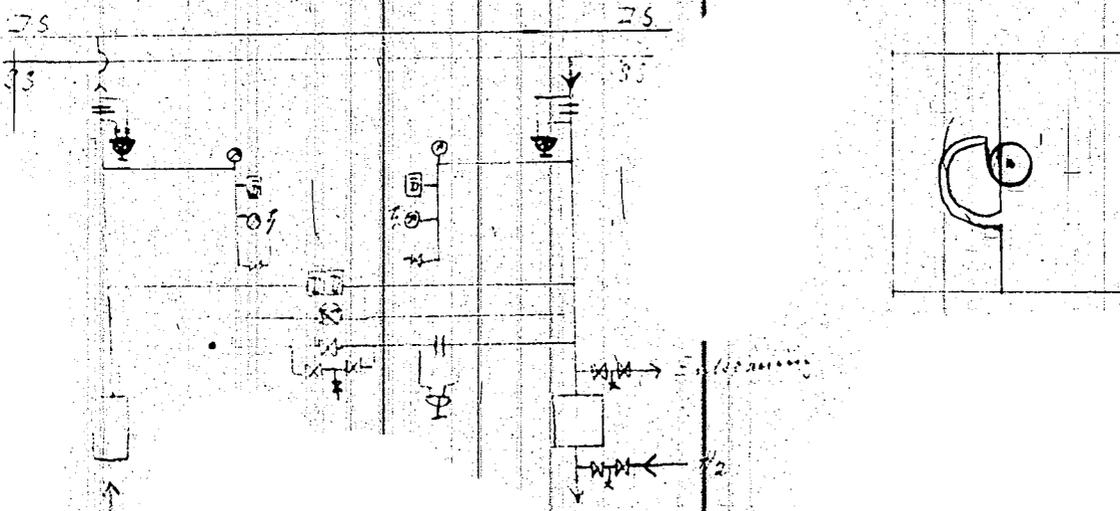
Die Fremdgasentspannungsleitung ist vom Abzweigungs-T-Stück über ein von Hand bedientes Absperrventil von der Rohrbrücke zur Maschinenhausrückwand vorgezogen. Hier sind die vom Maschinenhaus zu bedienenden Entspannungsventile eingebaut. Es wird nach dem Doppeldichte-Schreiber kontinuierlich entspannt, i.h. durch Einstellung einer bestimmten Ventilöffnung wird auf eine gleichbleibende Dichtedifferenz gefahren. Das entspannte Gas wird durch eine Aluminiumleitung (Eisen phenyltaliert wird auch brauchbar sein) über eine Sicherungstauchung (Butol-Wasser) durch einen kleinen Schornstein über Dach geführt. Auf den Schornstein ist ein Gittertopf aufgesetzt, um ein Zurückschlagen der Flamme, welche sich häufig bildet, zu vermeiden. Aus Sicherheitsgründen ist auf den Tauchtopf ein 2. Schornstein aufgesetzt. Das entspannte Gas wird nach den Entspannungsventilen mit Meßdrossel und Ringwaage gemessen. Es wird ein Kreisgas von 75% Wasserstoff zugelassen.

Vom Flüssigkeitsabscheider führt der Zwischenstrang Saugseite zur Rohrbrücke zurück und mündet hier in den Maschinenstrang Saugseite. Kurz vor dieser Einführung ist ein weiteres T-Stück eingebaut, in welches die Reinwasserstoff-Zufuhr eingeführt ist. Der Reinwasserstoff kommt von der Wasserstoff-Reinigung oder unmittelbar von der Kompression. Die Reinwasserstoff-Leitung ist ebenfalls am Maschinenhaus vorbeigeführt und wird hier durch ein Bedienungsventil gesteuert. Auch die Reinwasserstoff-Zufuhr wird durch Meßdrossel und Ringwaage gemessen.

An die Sammel-Meßleitungen sowohl der Druck- als auch der Saugseite der Zwischenstränge sind folgende Meßinstrumente angeschlossen:

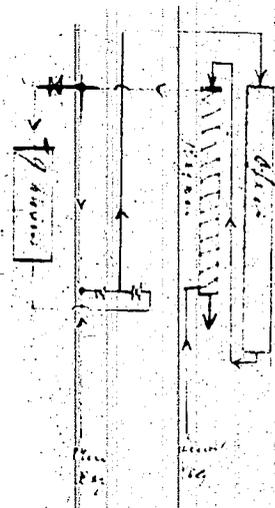
- a) Manometer
- b) Registriermanometer
- c) Alarmmanometer
- d) Reserveanschluß

Abgesehen von dem Umgang ist Saug- und Druckseite durch 2 Meßleitungen verbunden. In der 1. Überbrückungsleitung liegt ein Doppeldichte-Schreiber, welcher nach dem Ausströmungsprinzip arbeitet. In der zweiten Leitung liegt ein Differenzdruck-Schreiber, welcher nicht an die Sammelmeßleitung angeschlossen ist, da seine Betriebssicherheit von größter Wichtigkeit ist. Nach dem Differenzdruck-Schreiber wird die Rückentspannung gefahren.



Die beiden Zwischenstränge sind durch einen Umgang miteinander verbunden. Mit diesem Umgang wird die den Öfen zur Verfügung gestellte Druckdifferenz auf genau 14 atü durch Rückentspannung von der Druck- zur Saugseite einreguliert. Die genauere Einhaltung dieser Druckdifferenz auch bei wechselnder Ofenbelastung ist unbedingt erforderlich und wird anhand des Differenzdruck-Schreibers des Maschinenhauses gefahren (Zentralregulierung). Die Rückentspannungsleitung ist deshalb an der Rückwand des Maschinenhauses vorbeigeführt. Hier sind ein Grob- und ein Feinregulierungsventil eingebaut. Die Druckdifferenz von 14 atü ergibt sich aus dem höchsten Differenzdruck eines Ofens, welcher noch zugelassen wird. Die normale Druckdifferenz eines Ofens ist etwa 7 atü. An die Rückentspannung ist ebenfalls eine Messdrossel mit Ringwaage zur Bestimmung des rückentspannten Wasserstoffs eingebaut, sowie ein Abgangst-Stück zur Wasserstoff-Auffüllung.

3) Kammerseite:



Vom Kammerstrang Druckseite wird der Wasserstoffzugang zu den einzelnen Öfen stichweise in einer 90er Leitung abgezweigt. In die Leitung ist eine Messdrossel mit Ringwaage eingebaut, um die Wasserstoff-Zufuhr zu den einzelnen Öfen zu messen. Die Leitung ist noch auf der Rohrbrücke für ein kurzes Stück auf eine 30er Leitung verjüngt und erweitert sich später wieder auf 70er Leitung. Diese Verengung ist notwendig, um Absperrventile einbauen zu können, welche von Hand bedient werden müssen. In diese 30er Leitung ist ein elektrisches und ein von Hand betätigtes Absperrventil eingebaut. Die Leitung führt nunmehr in einen Hochdruckfilter und hierauf an die Rückwand des Ofenbedienungshauses. Hier teilt sie sich in 2 Stränge. Ein Strang führt durch den Regenerator und ein Strang um den Regenerator zum Ofen. In beiden Leitungen sind Bedienungsventile eingebaut, welche vom Ofenbedienungshaus gesteuert werden. Eine Einzelmessung der um und durch den Regenerator gefahrenen Kreisgasmengen erfolgt nicht. Es wird lediglich die in den Ofen gefahrene Gesamtgasmenge gemessen. Die Ventile um und durch Regenerator werden nach der Kopftemperatur des Ofens gesteuert. Parallel zum Regenerator ist noch ein Gas-Vorwärmer geschaltet, welcher normalerweise nicht mitgefahren wird. Er wird nur eingeschaltet beim Anfahren eines großen Ofens oder in Fällen, wo keine oder wenig Reaktionswärme anfällt oder die Hydriertemperatur sehr hoch gewählt wird, z.B. Butolhydrierung. Die Umstellventile für den Gasvorwärmer sind auf die 7 m-Bühne montiert. Der Gas-Vorwärmer steht zu ebener Erde und ist so ausgelegt, daß er die gesamte für die Hydrierung notwendige Wärme auch bei Ausfall des Regenerators dem Kreisgas zuführen kann. Er wird mit 16-atü-Dampf geheizt (die spezifische Wärme des Kreisgases wird mit 0.3 Kal/kg/°C, für Aldol und Butol mit 0.7 Kal/kg/°C angenommen). Ab Hochdruckfilter ist der Druckstrang zum Ofen in innen verkupfelter Leitung ausgeführt. Nach dem Gas-Vorwärmer bzw. Regenerator vereinigen sich die beiden Kreisgas-Leitungen wieder zu einer Leitung, welche auf den Ofen führt. ~~Kurz~~ Vor dem Ofen ist der Druck- und Saugstrang durch einen Umgang verbunden mit einem Bedienungsventil, welches zum Ofenbedienungshaus vorgezogen ist. Der weitere Weg des Kreisgases verläuft nach dem Ofen zunächst mit dem Produkt gemeinsam durch die Röhren des Regenerators über den Gas- und Produkt-Kühler zum Produkt-Abscheider. Hier trennt sich das Kreisgas von dem Produkt und strömt in einer 90er Leitung, welche nicht mehr ausgekupfert ist, zum Kammerstrang Saugseite. Vor Eintritt in den Kammerstrang verjüngt sich diese Leitung zu einer 45er Leitung, in welche ebenfalls ein elektrisches und ein von Hand bedientes Absperrventil eingebaut

V. Reduktionskreislauf

Der Reduktionskreislauf ist notwendig zur Reduktion des Kontaktes vor Einfahren eines Ofens. Er entspricht in seiner Ausführung abgesehen von einigen Vereinfachungen dem Wasserstoff-Kreislauf. Ein Teil der Umwälzpumpen kann auf den Reduktionskreislauf geschaltet werden. Die Pumpen arbeiten auf 2 besondere Sammelleitungen (Maschinenstränge), welche durch Verbindungsstränge mit den Kammersträngen verbunden sind. In die Verbindungsstränge sind eigene Produktabscheider für den Reduktionskreislauf eingebaut, für welche ein Umgang vorgesehen werden kann, da diese Abscheider nicht unbedingt erforderlich sind.

Der Stickstoff für den Reduktionskreislauf wird dem allgemeinen Fabriknetz mit einem Druck von 4 atü entnommen und mit einem besonderen Kompressor auf 100 atü komprimiert. Er wird durch einen Zwangskrümmen der U.P. zugeführt. Zum Anfahren des Reduktionskreislaufes wird zunächst der Umgang an dem zu reduzierenden Ofen geöffnet, dann wird Stickstoff in den Kreislauf dosiert und hierauf mit dem Anfahren begonnen. Der Differenzdruck wird registriert. Der Ofen wird zunächst zweimal mit je 50 atü - Stickstoff gefüllt und wieder entspannt, natürlich bei ständiger Umwälzung. Hierauf wird auf 100 atü Stickstoff aufgefüllt. Der ungewälzte Stickstoff wird nunmehr in Gasvorwärmern auf ca. 135° aufgeheizt (Eingangstemperatur in den Ofen 125°). Dann wird innerhalb 10 Stunden die erforderliche Menge Wasserstoff in den Kreislauf dosiert.

Zur Reduktion des Kontaktes werden 450 cbm Wasserstoff von Normaldruck benötigt. $450 \text{ cbm Wasserstoff} = 1.5 \times 1.2 = 1.8 \text{ cbm Wasserstoff bei } 300 \text{ atü}$. Der Inhalt der Dosierflasche ist 1.3 cbm. Da diese nur bis 100 atü entspannt werden kann, stehen nur $\frac{1.3 \times 2}{1.3 \times 2}$ des Inhaltes zur Verfügung. 1.8 cbm erforderlicher Wasserstoff ergeben also $\frac{1.8 \times 2}{1.3 \times 2} = 2.1$ Flaschenfüllungen.

Die Dosierung erfolgt so, daß stündlich 30 atü aus der Dosierflasche entspannt werden. Die Entspannung wird auf einem registrierenden Manometer aufgezeichnet. Nach Beendigung der Reduktion wird mit Wasserstoff auf 300 atü aufgefüllt und zur Entfernung des Stickstoffes auf ca. 100 atü entspannt. Hierauf wird erneut mit Wasserstoff auf 300 atü gedrückt und nunmehr auf den Wasserstoff-Kreislauf umgeschaltet.

Die Dosierflasche wird mit Reinwasserstoff aus der Wasserstoff-Reinigung aufgefüllt. Von der Reinwasserstoff-Leitung aus dem Wasserstoff-Ofen zweigt zunächst die Auffüll-Leitung des Kreislaufgases ab, welche über das Bedienungsventil am Bedienungshaus zum Zwischenstrang Saugseite hinter dem Abscheider geführt ist. Hierauf zweigt die Leitung zur Dosierflasche ab. Die dritte Abzweigung führt zur Acetaldehyd-Fabrik. Die Leitung verzweigt sich entsprechend der abgegebenen Menge Wasserstoff. Es verbleibt schließlich eine dünne Leitung, welche Wasserstoff ins Technikum abgibt. Die Reinwasserstoff-Leitung zur Dosierflasche führt ebenfalls am Ofenbedienungshaus vorbei. Die Auffüllung der Dosierflasche wird vom Bedienungshaus betätigt. Die Dosierungsflasche ist eine hochdruckfeste, stehende Bombe. Die Abgangsleitung von der Dosierflasche führt gleichfalls am Ofenbedienungshaus vorbei. Es sind 2 Bedienungsventile eingebaut. Die Leitung führt zu einer Sammelleitung auf der Rohrbrücke, von welcher die Verteilung des Dosier-Wasserstoffes stichweise in die Druckseite der Ofenumgangsleitung erfolgt. Vor Eingang in die Umgangsleitung sind an die Dosier-Wasserstoffs-Leitung zwei Absperrventile mit Zwischenentspannung eingebaut.

VI. Ausfahren einer Kammer

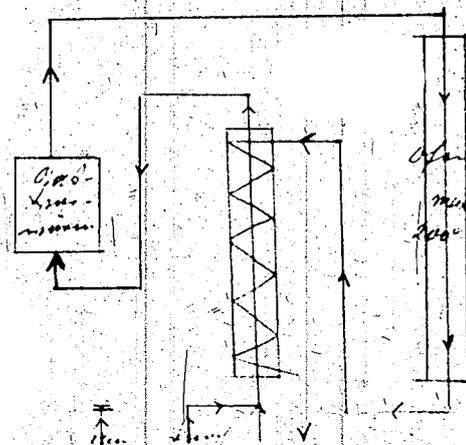
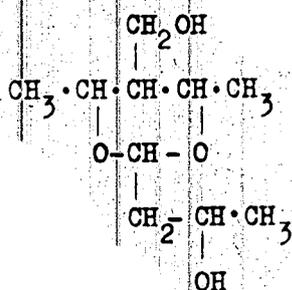
Zum Ausfahren einer Kammer wird zunächst die Aldol-Zufuhr zur E.P. auf Wasser umgestellt und mit der E.P. Wasser in den Kreislauf eingespritzt. Der Wasseranschluß an die Pumpe erfolgt durch einen einfachen Metallschlauch. Da beim Einspritzen von Wasser keine Reaktionswärme im Ofen mehr auftritt, wird der Gasvorwärmer eingeschaltet. Es werden bei 70°C ca. 20 - 30 cbm Wasser in den Ofen eingefahren. Die ersten 10 cbm Wasser werden zum Butol gegeben, das restliche Wasser läuft in den Abwasser-Kanal. Inzwischen wird das Entspannungsgefäß auf der 10 m - Bühne entleert. Nachdem ca. 30 cbm Wasser in den Ofen eingefahren sind, wird das Kreisgas auf 200° aufgeheizt. Das aus dem Ofen anfallende Kondenswasser scheidet sich im Produktabstreifer ab. Jetzt werden die Ventile um und durch Regenerator und hierauf das elektrische und das Handventil zwischen Kammerstrang und Ofen sowohl auf der Druckseite als auch auf der Saugseite geschlossen. Damit ist der Ofen vom Wasserstoff-Kreislauf abgeschlossen. Nun wird der Ofen-umgang geöffnet, damit der Druck im Ofen sich ausgleichen kann. Hierauf wird die Kammer auf der Saugseite entspannt, und zwar so, daß der Druck um 30 - 35 atü/h abnimmt. Das Entspannungsventil wird am Ofenbedienungs-haus betätigt. Die Ofenentspannungsleitungen führen in eine Sammelleitung, welche ohne Tauchung und ohne Messer unmittelbar über Dach geführt ist. Die Entspannungsleitung ist vollständig in Hochdruck ausgeführt. Nach der Entspannung des Ofens wird dieser an den Reduktionskreislauf angeschlossen. Es wird dreimal mit Stickstoff gefüllt und umgewälzt und anschließend jeweils entspannt. Nach der dritten Entspannung wird eine Gasprobe auf Gehalt an Wasserstoff untersucht. Wenn die Analyse günstig ausfällt, wird restlos entspannt. Am Ofen werden sämtliche Ventile geöffnet, um restliche Wasserstoffsäcke zu entfernen. Nunmehr wird der obere und untere Ofendeckel abgeschraubt. Unter den Ofen wird eine Kasette gesetzt, welche mit einem Stutzen mit Klappe zum Aufsetzen auf ein Faß versehen ist. Durch Absenken der Filterkerze wird der Kontakt zum Ausrieseln gebracht.

VII. Butanol-Hydrierung

Bei der Hydrierung des Butanols ist der Kreisgasweg dadurch etwas abgewandt, daß das gesamte zum Ofen strömende Gas von unten durch die Röhren des Regenerators strömt. Vor Eingang in den Regenerator wird Butanol in das Kreisgas eingespritzt. Es verdampft im Regenerator und das Dampfgemisch wird hier auf 175° aufgeheizt und passiert nunmehr den Gasvorwärmer, wo die Temperatur des Gasgemisches auf ca. 210° erhöht wird, sodaß es mit einer Temperatur von ca. 200° von oben in den Ofen eintritt. Entsprechend wird das den Ofen verlassende Gemisch von oben nach unten um die Röhren des Regenerators geführt. Der Umgang um den Regenerator wird für die Butanol-Hydrierung nicht benutzt. Schkopau verfügt für die Butanol-Hydrierung über eine besondere Hydrierkammer. Es sind hier in den Kreisgasweg keine Flüssigkeitsabscheider, sondern lediglich Pufferflaschen auf der Druck- und Saugseite kurz hinter der U.P. eingebaut.

In Schkopau wird auch der Acetvorlauf und z.T. das Hexantriol hydriert. Es ist weiter geplant, auch das Butanolwasser sowie den Butanolrückstand (Hexanol) zu hydrieren. Zur Hydrierung dieser Nebenprodukte wird gleichfalls der regenerierte Kontakt benutzt. Der Produktweg bei diesen Nebenprodukten ist der gleiche wie beim Butanol.

Zur Hydrierung des Hexantriols wird das vorgereinigte Produkt aus dem Tanklager auf eine ca. 40%ige wässrige Lösung und pH 4 gestellt. Der reaktivierte Kontakt enthält ca. 1% H_3PO_4 , Hydriertemperatur: ca. 165°. Nach der Hydrierung wird das Produkt destilliert. Der Durchsatz durch eine 8 cbm - Kammer beträgt ca. 1600 l/h Hexantriol = 40 Tato. Das durch Hydrierung gewonnene Hexantriol H ist sehr rein und bei der Kundschaft sehr beliebt. Es wird in Schkopau nur ein Teil des Hexantriols durch Hydrierung und anschließende Destillation aufgearbeitet. Eine weitere Menge wird aus dem vorgereinigten Produkt unmittelbar durch Destillation erhalten. Dieses Hexantriol technisch ist wesentlich unreiner, es enthält noch Acetale, im besonderen Aldol-Hexantriol-Acetal, welches in der Hydrierung in Hexantriol und Butol gespalten wird.



VIII. Wasserstoff-Reinigung

Der von Leuna nach Schkopau gelieferte Wasserstoff ist ca. 97%ig. Er enthält noch ca.:

1.5 % N
 1.5 % CH_4
 0.2 % CO_2
 0.03% CO und
 Spuren Schwefel

Das Kohlenoxyd stört bei der Hydrierung sehr und muss deshalb entfernt werden. Die Wasserstoff-Reinigung wird in Schkopau in einer besonderen Kammer bei 300 atü durchgeführt. Der zugefahrene Wasserstoff passiert die Kammer und wird nach Maßgabe des Verbrauches über ein T-Stück in den Wasserstoff-Kreislauf eingefahren. Als Reserve für den ersten Ofen kann ein zweiter Ofen mit einem T-Stück an das Leitungsnetz für die Wasserstoff-Reinigung angeschlossen werden.

Die Reinigung wird mit einem Kohlenoxyd-Messer (Foto-Zelle) verfolgt, welcher darauf aufgebaut ist, daß das Kohlenoxyd eine sehr ausgeprägte Absorptionsbande im Ultrarot zeigt. Die Entfernung des Kohlenoxyds aus dem Rohgas ist in Schkopau so vollständig, daß mit dem empfindlichen Messinstrument (Empfindlichkeit 0.001%) Kohlenoxyd nicht mehr nachgewiesen werden kann.

Die Leitungen der Wasserstoff-Reinigung sind nicht ausgekuppelt. Der Ofen hat 1000 ϕ und ist für 400°C ausgelegt. Deshalb ist er ausgesteint, sodaß die zur Verfügung stehende lichte Weite noch ca. 850 - 900 mm beträgt. Es ist belanglos, ob der Weg des Wasserstoffs zum Ofen um oder durch die Röhren des Regenerators geführt wird. Dieser Weg richtet sich nach den baulichen Gegebenheiten (kürzeste Leitungsführung). Der Gasvorwärmer wird mit Hochdruckdampf betrieben, weil sich herausgestellt hat, daß die Kohlen-

oxyd-Spuren unter 0.005 % erst bei Temperaturen von mindestens 230°C hydriert werden. Der Hochdruckdampf wird im Vorwärmer bis 40 atü ausgefahren, sodaß der Wasserstoff mit einer Temperatur von 250° in den Ofen einströmt und ihn mit einer Temperatur von 240° verlässt. Die Austrittstemperatur hängt vom Kohlenoxydgehalt des Rohgases ab und liegt bei höheren Kohlenoxydgehalten des Rohgases wesentlich höher. Zur Reinigung wird ein Nickel-Kupfer-Chrom-Kontakt benutzt, welcher sich sehr gut bewährt hat und eine Lebensdauer von etwa einem Jahr hat. Ein Liter Kontakt reinigt 50 000 cbm Wasserstoff. Mit einem frischen Kupfer-Chrom-Kontakt werden anfangs auch gute Ergebnisse in der Wasserstoff-Reinigung erzielt. Bei der hohen Hydriertemperatur treten aber bei diesem Kontakt Rekrystallisationserscheinungen auf, welche zur Inaktivierung des Kontaktes führen, sodaß, um die Aktivität des Kontaktes wieder zu erhöhen, die Temperatur im Ofen wesentlich höher gefahren werden muß (über 300°C).

In Schkopau durchgeführte Versuche haben gezeigt, daß der zur Hydrierung von Aldol benutzte Kupfer-Chrom-Kontakt, ebenfalls gegen Kohlenoxyd empfindlich ist. Er ist zwar nicht so empfindlich wie der Nickel-Kontakt, wird aber durch geringste Spuren von Kohlenoxyd schon so weit blockiert, daß zur Aufhebung dieser Blockierung die Hydrierung bei höheren Temperaturen durchgeführt werden muss. Die Fabrikation von hochgereinigtem Wasserstoff hat Schkopau veranlasst, der Frage näher zu treten, auch für die Reduktion des Aldols den Nickel-Kontakt einzusetzen. Bei Verwendung des Nickel-Kontaktes konnte die Hydriertemperatur wesentlich gesenkt werden. Das hätte, wie schon erwähnt, zur Folge, daß der Vakuum-Dampfvorwärmer fortfallen könnte. Es wird auch erwartet, daß als Folge der tieferen Temperatur wesentlich weniger Rückstand bei der Hydrierung anfällt und daß ausserdem die Hydrierung wesentlich weiter getrieben werden kann.

IX. Belegschaft

- 1 Betriebsführer
- 1 Betriebsassistent
- 1 Obermeister
- 1 Hilfsmeister
- 2 Laboranten
- 2 Laborarbeiter
- 2 Laborjungens
- 2 Tagesarbeiter
- 1 Spülfrau
- 1 Putzfrau

Schichtarbeiter pro Schicht

- 1 Schichtmeister
- 1 Vorarbeiter
- 3 Pumpenfahrer für E.P.) 1 Fahrer für je 2-3 Pumpen
- 2 Pumpenfahrer für U.P.)
- 1 Mann für Zentralregulierung
- 6 Ofenfahrer (1 Fahrer je Ofen)
- 1 Probenzieher
- 1 Ofenwärter
- 1 Druckhalter