

A l d o l - F a b r i kI. Aldolisator

Der von der Aldehyd-Fabrik gelieferte Acetaldehyd wird im Tanklager der Aldol-Fabrik gelagert. Der Eingang wird mit Ovalradzähler gemessen. Aus Sicherheitsgründen ist in einem Umgang ein 2. Ovalradzähler eingebaut. Vom Tanklager wird der Acetaldehyd in ein 30 cbm-Zwischengefäß gepumpt, wohin auch der Rückaldehyd aus der Aldolkolonne gefördert wird. Das Zwischengefäß ist ein liegender Tank im Freien, die zugehörigen Pumpen stehen ebenfalls im Freien. Aus dem Zwischengefäß wird der Acetaldehyd in eine Verteilerleitung gepumpt, die auf einer Rohrbrücke über dem Meßhaus montiert ist. Auf dieser Leitung wird durch Askania-Reglung ein konstanter Vordruck von 5 atü gehalten (Askania-Regler steht im Meßhaus). Die Überströmleitung geht auf das 30 cbm-Zwischengefäß zurück. Von der Verteilerleitung fließt der Acetaldehyd stichweise über Ovalradzähler den einzelnen Aldolisatoren zu. Diese Leitungen sind an der Rückwand des Meßhauses vorbeigeführt. In die Leitung ist eine Meßdrossel und ein Bedienungsventil eingebaut. Der Durchflußmesser und das Bedienungsventil befinden sich auf der Meßtafel.

Im Aldolisator wird der Acetaldehyd durch eine Umwälzpumpe mit großer Geschwindigkeit umgewälzt (turbulente Strömung). Der Aldoleingang befindet sich auf der Saugseite der Pumpe, der Abgang an einer entfernten Stelle. Dr. Berger schlägt vor, Eingang und Abgang nebeneinander zu legen, um eine möglichst weitgehende Zwangsführung zu erreichen und den Aldolisator vollständig auszunutzen. Die Umwälzpumpe muss mit größter Betriebssicherheit versehen sein. Ein Ausfall der Pumpe ist deshalb sehr unangenehm, weil in diesem Falle Verharzungen im Aldolisator auftreten, sodaß der Aldolisator gereinigt werden muss. Die Reinigung eines Aldolisators dauert ca. 4 - 5 Wochen. Dr. Berger schlägt deshalb vor, zwei Umwälzpumpen vorzusehen und die Pumpen so auszulegen, daß beide gemeinsam die Gesamtleistung bei Normalbetrieb übernehmen. Bei Ausfall einer Pumpe wird die Umwälzleistung der zweiten Pumpe noch ausreichen, um die Neutralisation des Aldolisatorinhalts sicherzustellen. Beide Pumpen müssen an den Notstrom angeschlossen werden. Es genügt als Sicherheit nicht, eine Pumpe vorzusehen und diese an den Notstrom anzuschließen. In Schkopau ist es vorgekommen, daß die Pumpe ausgefallen ist, weil der Motor defekt wurde oder Erdschluß in der Leitung zwischen Umschaltanlage und Motor auftrat oder sogar die Umschaltanlage versagte. Größte Sicherheit ist nur dann zu gewährleistet, wenn beide Umwälzpumpen einen völlig getrennten Stromkreis bis zur Maschennetzstation haben, also auch getrennte Umschaltung auf Notstrom. Die beiden Pumpen werden zweckmäßig so angeordnet, daß sie um einen halben Aldolisatorkreislauf versetzt sind.

Bei der Leitungsführung im Aldolisator ist darauf zu achten, daß tote Räume vermieden werden. In Schkopau leistet ein Aldolisator maximal 2.5 t Aldol 100% pro Stunde entsprechend 10 000 Jato Buna S.

Kalilauge:

In den Aldolisator wird auf der Saugseite der Umwälzpumpe KOH eingespritzt (Natronlauge ist nicht brauchbar, da die Natronsalze der Phosphorsäure schlecht kristallisieren). Die Konzentration der KOH wechselt, sie liegt zwischen 8 - 18 %. Schkopau ist bestrebt, möglichst viel des einzuführenden Wassers mit der KOH zu dosieren, da die OH-Jonen die Aldolisation beschleunigen. Die verdünnte Lauge wird in einem Rührgefäß aus 45 - 50%iger Lauge eingestellt. Die hochprozentige Lauge friert bei den in Schkopau herrschenden Temperaturen nicht ein. Eine Beheizung der Leitungen ist deshalb nicht notwendig. Demgegenüber besteht bei der verdünnten Lauge Einfriergefahr. Deshalb muß sowohl das Einstellgefäß als auch alle Leitungen, welche verdünnte KOH führen, beheizt werden. Die Beheizung soll nicht mit Dampf erfolgen sondern mit Heißwasser, damit die Temperatur der verdünnten KOH nicht so hoch steigt und Gefahr besteht, daß die Aldolisationsgeschwindigkeit durch zu heiße KOH zu groß wird. Aus dem Einstellgefäß wird die KOH in einen Verteilerstrang gepumpt, welcher ebenfalls durch Askania-Reglung auf einem konstanten Vordruck gehalten wird (Rückführung auf das Einstellgefäß). Die Leitung ist am Bedienungshaus vorbeigeführt. Die Dosierung erfolgt im Bedienungshaus nach einer Durchflußanzeige durch ein Einstellventil. Kurz vor dem Aldolisator muß in der KOH-Leitung ein unbedingt sicher arbeitendes Rückschlagventil eingebaut sein. Zur weiteren Sicherung hat Schkopau zwischen Aldolisator und Rückschlagventil noch ein Hochruckventil eingebaut, welches mit einem Gang geschlossen werden kann. Diese Sicherung ist erforderlich, damit der Eintritt von Acetaldehyd in die KOH-Leitung nach Möglichkeit vermieden wird. In einem solchen Falle treten in der KOH-Leitung Verharzungen auf, die ausserordentlich schwierig zu beseitigen sind. Wenn eine KOH-Leitung einmal verharzt gewesen ist, fällt das Aldol wochenlang braungefärbt an. Auch die KOH-Pumpe muß unbedingt an Notstrom angeschlossen sein.

Kühlwasser:

Die Aldolisation ist eine exotherme Reaktion. Die Wärmetönung beträgt 300 Kal/kg. Diese Wärme wird durch Kühlwasser abgeführt. Der Bedarf an Kühlwasser ist sehr hoch. Die Temperatur im Aldolisator darf nicht über 20° C steigen. Schkopau läßt deshalb eine Kühlwassertemperatur nur bis + 14° C zu. Steigt die Wassertemperatur über 14° C, so wird das Kühlwasser in einer Kälteanlage gekühlt. Das Wasser strömt aus einer Leitung, welche in einen Kanal vor dem Meßhaus verlegt ist, stichweise zu den Aldolisatoren (Dieser Kanal ist viel zu klein, er muß mindestens doppelte Breite haben). Die Wasserschieber befinden sich auf der Rückseite des Meßhauses im Freien und werden elektrisch von der Meßtafel aus bedient. Die Übersetzungen sind aber viel zu groß gewählt, sodaß eine feine Regulierung des Kühlwasser sehr schwierig ist. Einfacher und sicherer erscheint es, den Kühlwasserkanal unter das Meßhaus zu verlegen und die Wasserschieber im Meßhaus von Hand zu bedienen.

Der Aldolisator besteht aus zwei Paketen zu je acht Einheitskühlern. In Schkopau sind in jedem Paket sechs Einheitskühler an das Kühlwasser angeschlossen. Die Kühlfläche pro Kühler beträgt 60 qm, sodaß 12 x 60 qm = 720qm Kühlfläche pro Aldolisator zur Verfügung stehen. Der K-Wert wird mit 200

x) *Erfahrungswerte Kühlung:*

46% ~ -33,5° C

16,8% ~ -11,5° C

8,4% ~ -4,5° C

angenommen. Die Maximalleistung eines Aldolisators ist 2.5 t Aldol 100%. Der Kühlwasserverbrauch schwankt je nach Wassertemperatur zwischen 40 - 250 cbm/h und wird durch Durchflußmesser auf der Meßtafel angezeigt. Die Kühlwasserführung ist so geschaltet, daß beide Kühlerpakete eines Aldolisators parallel und hintereinander gefahren werden können. Schkopau fährt aber ausschließlich in Parallelschaltung. Da auch der Ausfall des Kühlwassers sehr unangenehme Folgen haben kann, schlägt Schkopau vor, die Kühlwasserleitung als Ringleitung zu verlegen, damit mehrere Anschlüsse zur Verfügung stehen und dadurch ein Ausfall des Kühlwassers mit Sicherheit vermieden wird.

Wasserkühlanlage:

In Schkopau steht im Sommer kaltes Kühlwasser nicht in ausreichender Menge zur Verfügung. Das Wasser muss deshalb beständig umgepumpt und in einer Kälteanlage gekühlt werden. Die Kälteanlage ist ein Dampfstrahlaggregat, dessen Kondensatoren ursprünglich liegend, in der neuen Kälteanlage aber stehend angeordnet sind. Die Kühlung mit Dampfstrahlern ist an sich unrentabel und bestimmt teurer als die Kühlung mit Eismaschinen. Schkopau hat sich aber aus der Überlegung zu der Anlage entschlossen, daß die Kälteanlage nur im Sommer betrieben wird, zu einer Zeit also, wo das Kraftwerk um große Dampfahnehmer verlegen ist, sodaß hier ein Entgegenkommen bestand. Das Kühlwasser wird in einer großen Grube unter den Aldolisatoren gesammelt, Überschusswasser läuft in eine zweite Grube zwischen Schleuderhaus und Destillation und wird von hier an andere Betriebe (vornehmlich Butol-Dest.) abgegeben.

Werkstoff:

Es bestehen keine Bedenken, den Aldolisator und alle Leitungen im alkalischen Teil aus Eisen zu bauen. Schkopau weist darauf hin, daß ganz allgemein auch Acetaldehyd bedenkenlos in Eisenleitungen gefördert werden kann. Der Aldolisator in Schkopau ist auf der Wasserseite messingplattiert. Die Qualität des Schkopauer Kühlwassers ist nur sehr mäßig. Es waren große Schwierigkeiten mit Algenbewuchs zu überwinden. Seitdem die Messingplattierung der Aldolisatoren durchgeführt worden ist, sind diese Schwierigkeiten überwunden (für B IV ist deshalb die Wasseruntersuchung von größter Bedeutung. Die Hydrierung in Schkopau hat sehr gute Erfahrungen mit Atramentierung gemacht).

Essigsäuregefäß:

Um die Aldolisation plötzlich abstoppen zu können, steht neben dem Aldolisator ein kleines Gefäß von 18.6 cbm Inhalt mit einer Essigsäurefüllung. Die Menge der ca. 65%igen Essigsäure entspricht dem Alkaligehalt des Aldolisators und muß deshalb auf den wechselnden Alkalititer abgestimmt sein. Da die Gefahr besteht, daß die Essigsäure im Winter einfriert, hat Schkopau eine Heizung für dieses Gefäß vorgesehen, diese aber bisher nie benutzt und empfiehlt auch, die Beheizung fortzulassen. Schkopau hat die Konzentration der Essigsäure mit der Aussentemperatur gewechselt. Im Winter wird die Essigsäure mit tiefstem Gefrierpunkt eingefüllt, im Sommer eine beliebige. Schkopau macht noch darauf aufmerksam, daß es keinen Sinn hat, die

Essigsäure plötzlich in den Aldolisator zu drücken, da in diesem Falle Übersäuerungen auftreten können und erst nach längerer Umwälzung eine Neutralisation des gesamten Aldolisatorinhaltes erfolgt. Schkopau wird deshalb an dem Gefäß ein Flüssigkeitsstandglas mit Stricheinteilung anbringen und die Essigsäure in Zukunft nach diesem Standglas mit der Stoppuhr eindrücken, und zwar in einer Zeit, welche einer Umwälzperiode entspricht. Das Essigsäuregefäß und die Leitungen sind aus phenyltaliertem Eisen.

Spezifisches Gewicht im Aldolisator:

Es erscheint Schkopau wichtig, das spezifische Gewicht im Aldolisator laufend zu verfolgen. Es hat deshalb ein Meßgerät in einem Kurzschluß von der Druck- zur Saugseite eingebaut. Die z.Zt. gelieferten Apparate sind leider nicht betriebssicher. Trotzdem besteht Schkopau darauf, die Messung anzustreben.

Die aus dem Aldolisator ausströmende Mischung wird in einer beheizten Leitung zum Schleuderhaus gedrückt. In dieser Leitung erfolgt Aufheizung auf 30°C. Schkopau empfiehlt, die Beheizung nicht in dieser ummantelten Leitung mit Warmwasser vorzunehmen, sondern einen kleinen Imperial-Wärmeaustauscher einzubauen und die Leitungen zu isolieren. Zweckmäßig würde dieser Wärmeaustauscher kurz vor dem Neutralisationsgefäß angeordnet.

II. Neutralisation (Schleuderhaus)

Das 30° warme Aldolisierungsgemisch fließt in ein Neutralisationsgefäß und wird hier mit Phosphorsäure neutralisiert.

Phosphorsäure:

Die Neutralisation ist ausserordentlich wichtig und muss unbedingt betriebssicher ausgeführt sein. Es sind deshalb 2 Phosphorsäuregefäße und 2 völlig von einander unabhängige Leitungen bis zum Neutralisiergefäß vorzusehen. Die Phosphorsäure wird in einem Rührgefäß auf die erforderliche Konzentration (ca. 34%) eingestellt und von hier in eine Verteilerleitung gepumpt, welche durch Askania-Regler unter konstantem Vordruck gehalten wird. Die Überströmleitung geht auf das Einstellgefäß zurück. Für jedes Einstellgefäß ist eine Verteilerleitung vorzusehen. Von jeder Phosphorsäure-Verteilerleitung sind auf jedes Neutralisiergefäß stichweise 2 Leitungen mit 2 Meßdrosseln und 2 Bedienungsventilen (im Bedienungsstand) gelegt. Die Dosierung der Phosphorsäure erfolgt nach der pH-Bestimmung, welche im Meßhaus ausgeführt wird. Es wird nicht nach dem Durchflußmesser eingestellt, sondern nach einer Stricheinteilung, welche um das Bedienungsventil angeordnet ist. Die 34%ige Phosphorsäure wird aus konzentrierter Phosphorsäure hergestellt, welche in unbeheizten Gefäßen lagert und durch unbeheizte Leitungen befördert wird. Die Leitungen, welche die 34%ige Phosphorsäure führen, müssen dagegen ebenso wie das Einstellgefäß mit Warmwasser beheizt werden. Eine Temperatur von 50 - 60° darf hierbei auf keinen Fall überschritten werden, da bei höheren Temperaturen nicht nur Kunststoff-

x) Erkennungsgrenzpunkte mäßig für H₂PO₄

78% = bei - 60° fsp zsp } bei - 30° zsp us Glycaun
68% = " " " }
34% = unkonst bei - 13°c

10647

Auskleidungen, sondern auch V_2A angegriffen wird. Es wird eine Warmwasser-Beheizung mit Butolwasser vorgeschlagen. Eine Kühlung ist nicht erforderlich sofern darauf Bedacht genommen wird, daß bei der Einstellung der Säure nicht zu heißes Kondenswasser benutzt wird. Bisher erfolgte die Dosierung der Phosphorsäure in Schkopau mit Schwinghebelpumpen. Von dieser Methode ist Schkopau abgegangen und dosiert mit Ventilen aus einer unter konstantem Vordruck gehaltenen Verteilerleitung. Es werden ca. 15 - 20 l Phosphorsäure pro Stunde für jedes Neutralisiergefäß benötigt. Die Probe zur Bestimmung des pH wird aus dem Verweilgefäß nach der Zentrifuge gezogen.

Der Zweckmäßigste und beste Werkstoff für verdünnte Phosphorsäure ist V_2A , wobei allerdings zu berücksichtigen ist, daß auch V_2A bei Temperaturen über $70^\circ C$ gegen verdünnte Phosphorsäure unbeständig ist. Gefäße und Leitungen größeren Querschnitts sind auch gummiert oder phenyltalisieret brauchbar. Nickelfreie Chromstähle sind erst bei einem Mindestgehalt von 15% Chrom gegen verdünnte Phosphorsäure beständig (z.B. Guronit). Nach neueren Versuchen ist bei $20 - 30^\circ$ auch Blei beständig, es ist aber noch nicht untersucht, ob Bleispuren im Aldol in der Hydrierung stören. Auch Vinidur und Oppanol kommen als Austauschstoffe in Frage. Die Dosierungsleitung (ca. 5 mm lichte Weite) sollte nur aus V_2A hergestellt werden, Kunststoffleitungen sind mit Vorsicht zu behandeln, da eine Heizung vorgesehen werden muß und ausserdem Druck in den Leitungen auftreten könnte. Für die Phosphorsäure-Kreiselpumpe ist Chromguß geeignet. Sie darf nicht zu groß gewählt werden. Pumpen, Leitungen und Ventile müssen aufeinander abgestimmt werden, damit der notwendige Vordruck in der Leitung gehalten werden kann und eine feine Einstellung des Ventils möglich ist. (Gesamtfördermenge für 4 Aldolisatoren: 60 - 80 l/h)

Neutralisationsgefäße:

Die Neutralisation erfolgt in Schkopau in kleinen 200l-Gefäßen aus V_2A , welche in der Größe völlig ausreichend sind. Es wird auf pH₆ gestellt. Das neutralisierte Rohaldol läuft in ein Verweilgefäß von 1500 l Inhalt über (die erforderliche Mindestverweilzeit ist ca. 20 Minuten). Hier erfolgt nach 20 Minuten ausreichende Kristallisation. Auch das Verweilgefäß ist in Schkopau aus V_2A . Es könnten hier auch die unter "Phosphorsäure" genannten Austauschstoffe verwandt werden. Es muß aber Vorsorge getroffen werden, daß der Inhalt des Gefäßes nicht alkalisch wirkt, da sonst die Kunststoffauskleidung zerstört wird. Es wird bezweifelt, ob diese Forderung im ersten Gefäß erfüllt werden kann. Ein örtlicher Überschuß von KOH wird sich kaum vermeiden lassen, deshalb muss angestrebt werden, für das Neutralisiergefäß unbedingt V_2A einzusetzen. Ebenso kommt für die Armaturen nur V_2A in Frage. In jedes Verweilgefäß sind 3 Überlaufstutzen mit Verdrängerventilen eingebaut. Verdrängerventile sind notwendig, da sich an den Ventilen Salzkrusten abscheiden. Diese Verdrängerventile müssen unbedingt aus V_2A sein, da korrodierte Ventile den notwendigen tadellosen Abschluß in Frage stellen. Schkopau vertritt die Ansicht, daß wenn das Neutralisiergefäß oder Verweilgefäß mit Kunststoff ausgekleidet ist, in diesem Fall über diese Gefäße noch ein kleines Gefäß mit Phosphorsäure angeordnet werden muß, damit bei Ausfall der Phosphorsäure unbedingt dafür Sorge getragen wird, daß das Aldol nicht alkalisch bleibt und verharzt. Die Verdrängerventile werden vom Zentrifugenhaus mit Druckbutol gesteuert.

Nach der Neutralisation muß auf eine glatte Leitungsführung geachtet werden, tote Räume müssen unbedingt vermieden werden. Sie sind Ansatzpunkte zu Kristallisationen und können zu Verstopfungen in den Leitungen führen. Als Dichtungen für die Leitungen nach der Neutralisation werden in Schkopau V₂A-Linsen benutzt, brauchbar sind aber auch Gummidichtungen. Aus dem Verweilgefäß fließt das Rohaldol den Zentrifugen zu.

Raumaufteilung im Schleuderhaus:

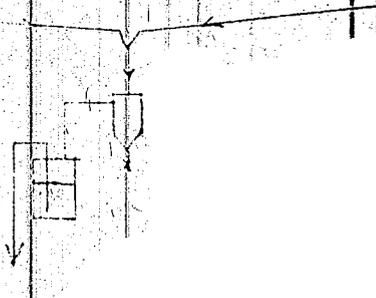
Nach Angabe von Schkopau und Augenschein ist der Platz im Schleuderhaus in Schkopau viel zu eng besetzt. Es ist kaum noch möglich, Reparaturen zwischen den Zentrifugen während des Betriebes auszuführen. Der Schleuder- raum in Schkopau, welcher ursprünglich offen war, ist durch Ummauerung ge- schlossen worden. Das hat sich als unbedingt notwendig erwiesen, weil sich die Zentrifugenfahrer beständig an den Schleudern aufhalten müssen. Der Raum muss kräftig belüftet werden und an solchen Stellen, wo Aldol austreten kann, muss eine Absaugung vorgesehen werden (Stopfbuchsen, Probehähne). Zur Belüftung wird in Schkopau im Winter vorgewärmte Luft in den Raum gedrückt. Die Geruchsbelästigung ist sehr gering.

Aufstellung der Zentrifugen:

Die Zentrifugen sind mit einem Block verschraubt, welcher auf einem Tisch ruht. Zwischen Block und Tisch sind elastische Schichten angeordnet. Es muß darauf geachtet werden, daß alle Fugen zwischen Zentrifuge und Block und Tisch unbedingt flüssigkeitsdicht sind, damit kein Aldol eindringen kann (Aldol zerstört den Beton). Schkopau hat alle Fugen abgedichtet und die Grundplatte mit Blechen verblendet, sodaß der Beton nicht mit Aldol in Berührung kommt. Seitlich des Tisches ist ausserdem eine Ablaufrinne angeordnet. Im Tisch selbst sind Sammelkanäle eingebaut. Die Schraubendurchführungen müssen vor eindringendem Aldol besonders geschützt werden.

Stopfbüchsenabsaugung:

Aus der Stopfbüchse (Asbest-Blei-Packung = Götze-Packung), welche sehr sauber angezogen werden muß, tritt immer etwas Acetaldehyd aus, welches zu einer großen Geruchsbelästigung führen würde. Schkopau hat deshalb um die Stopfbüchse einen Blechring gelegt und saugt aus diesem Ring be- ständig mit einem Körtling ab, welcher mit Aldehydwasser betrieben wird. Da durch die Fugen des Ringes immer etwas Luft angesaugt wird, treten in den Ansaugleitungen Oxydationen auf. Es bildet sich Essigsäure, die zu Korrosionen Anlaß gibt. Um dies zu verhindern, schlägt Schkopau vor, hinter den Absaugring einen zweiten zu legen, auf welchen 300 mm Stickstoff gedrückt wird, sodaß der Körtling durch die Undichtigkeit des ersten Ringes nicht Luft sondern Stickstoff ansaugt. Es wird erwartet, daß dadurch die Oxy- dation in den Absaugleitungen weitgehend vermieden werden kann. Die Ein- führung der Absaugleitungen in die Sammelleitung muß unbedingt von oben erfolgen, damit saueres Kondensat nicht zurückfließen kann, Die Absaug- leitungen sind mit Gefälle zu versehen. Am Tiefpunkt sind Sammelbehälter angebracht, welche eine automatische Entleerung über einen Tauchtopf haben.



I. G. FARBENINDUSTRIE AKTIENGESELLSCHAFT WERK AUSCHWITZ

Bauleitung

Tag

25.3.42

Zentrifugen:

Das Zentrifugengehäuse ist in Schkopau aus V₂A. Es wurde die Korrosionsfestigkeit von Remanit geprüft und für gut befunden. Die Trommel ist phenyltaliert. Auch das hat sich recht gut bewährt, es muß nur darauf geachtet werden, daß beim Spülen kein zu heißes Kondenswasser benutzt wird. Die Schmierung der Zentrifuge erfolgt mit Butol. Auch das hat sich sehr gut bewährt und bisher zu keinen Beanstandungen Anlaß gegeben. Auch als Arbeitsflüssigkeit für Arbeitsszylinder wird in Schkopau weitgehend Butol verwandt (Verdrängerventil am Verweilgefäß)

Aus den Schleudern verläuft das Rohaldol in ein Sammelgefäß mit GST-Stand-Regler. Von hier wird die Probe zur Bestimmung des pH gezogen. Aus diesem Sammelgefäß wird das Produkt durch ein Scheibler-Filter, welches im Schleuderhaus aufgestellt ist, in einen 30 cbm - Zwischenbehälter gepumpt, aus welchem es über einen Ovalradmesser in das Tanklager befördert wird. Die Aufstellung dieses Zwischenbehälters ist nicht notwendig, sofern das Tanklager nicht so weit entfernt ist. Der Ovalradmesser ist zur Kontrolle des Ein- und Ausganges sehr wichtig. Es ist unbedingt erforderlich, nach der Neutralisation alle Leitungen und Behälter doppelt vorzusehen, da Gefahr besteht, daß Verstopfungen der Leitungen durch nachträgliche Kristallisationen von Phosphat auftreten.

Pumpen:

Als Pumpen nach der Neutralisation werden Silumpumpen benutzt. Auch Pumpen aus Chromguß mit einem Mindest-Chrom-Gehalt von 15% sind genügend korrosionsfest. Schkopau hat auch recht gute Erfahrungen mit Steinzeugpumpen gemacht, wobei sowohl Läufer als auch Gehäuse aus Steinzeug waren. Solche Pumpen müssen nur durch ein Metallgehäuse vor Beschädigungen geschützt werden.

Filtration:

Aus dem Rohaldol kristallisieren nach dem Verweilgefäß noch immer mehr oder weniger große Mengen Phosphat aus. Es ist deshalb unbedingt notwendig, auf glatte Leitungsführung zu achten und tote Räume zu vermeiden. Zum andern ist eine wiederholte Filtration notwendig. Es wird filtriert:

- 1) nach dem Sammelgefäß der Schleuder. Hierfür stehen 3 Scheibler-Filter mit je 10 qm Filterfläche zur Verfügung. 2 Filter sind ständig in Betrieb, 1 Filter dient als Reserve. Die Umstellung eines Filters auf das nächste erfolgt je nach Anfall von Kristallat nach 24 - 48 Stunden.
- 2) Das Rohaldol wird ferner filtriert vor der Destillation. Hierfür sind 2 Filter mit je 10 qm Filterfläche vorhanden. Die Umstellung erfolgt wöchentlich einmal.
- 3) Schließlich wird das Reinaldol vor der Hydrierung filtriert. Das hier anfallende Kristallat ist sehr schleimig und verstopft nach kurzer Zeit das Filter. Es muß deshalb eine Mindest-Filterfläche von 15 qm haben, da bei 10 qm Filterfläche täglich zweimal umgestellt werden muß. Der Belag dieses Filters nach der Verstopfung ist äußerst gering.

26.3.42

8

Das Gehäuse der Scheibler-Filter ist phenyltalisieret. Irgend welche Schwierigkeiten sind bisher nicht aufgetreten.

Bedienung der Filter:

Die Filtertücher müssen unbedingt trocken angefahren werden, da feuchte Filter zur Folge haben, daß der erste Belag schleimig wird und sofort die Poren verstopft. Zum Anfahren wird das Filter zunächst bei geöffneter Belüftung vollgestellt, um restliche Wasserspuren herauszulösen. Dann wird wieder entleert. Hierauf wird mit der Filtration bei geschlossener Belüftung begonnen. Zum Reinigen der Filter wird nach Entleerung mit Warmwasser bei geöffneter Entlüftung zurückgefahren. Es hat sich dabei als schwerer Übelstand herausgestellt, daß die ins Freie führenden Entlüftungsleitungen im Winter nach kurzer Zeit durch das Kondenswasser zugefroren sind. Deshalb hat Schkopau in diese Entlüftungsleitungen vor Austritt ins Freie einen Plubbtopf mit Butolwasser eingeschaltet. Seit dieser Abänderung sind Einfrierungen der Leitungen nicht mehr aufgetreten.

Bedienungshaus:

Die Bedienung der Aldolisatoren erfolgt im Bedienungshaus. An der Meßtafel sind angeordnet:

- 1) Bedienungsventil für Acetaldehyd-Zugang
- 2) Bedienungsventil für Natronlauge
- 3) Bedienungsventil für Phosphorsäure
- 4) Bedienungsventil für Warmwasser
- 5) Temperatur-Wahlkontakt
- 6) Temperaturschreiber für die wichtigsten Temperaturen

Solche wichtigen Temperaturen sind z.B. die Temperatur des dem Neutralisiergefäß zulaufenden Aldols und die Temperatur im Neutralisiergefäß selbst. Diese beiden Temperaturen müssen einen gleichsinnigen Verlauf zeigen. Ein Ansteigen der Temperatur im Neutralisiergefäß gegenüber dem Zugang weist darauf hin, daß eine Nachreaktion im Neutralisiergefäß stattfindet und das besagt, daß der Phosphorsäurezulauf gestört ist.

Dadurch, daß Schkopau für die neu erstellten Aldolisatoren auf Schwinghebelpumpen verzichtet hat, wurde viel Platz im Bedienungshaus eingespart. Es befindet sich dort ein Verschlag für den Meister und den Betriebsschreiber. Im Bedienungshaus sind ferner ausser den Bedienungsständen die Askania-Regler aufgestellt. Es hat sich bewährt, daß diese von der Fensterwand abgerückt auf ein Gerüst aufgestellt wurden, sodaß sie von allen Seiten zugänglich sind (bisher waren sie hinter der Meßtafel angeordnet. Diese Anordnung hat sich nicht bewährt). Die Askania-Regler sind auf der Produktseite mit einer Gummimembran abgeschlossen. Hieran schließt sich eine Wasserseite. Das Wasser betätigt die Arbeitsmembran.

Die Schreibpulte für die Aldolisatorenfahrer stehen vor der Meßtafel. Das hat insofern Nachteile als die Fahrer sich beim Schreiben im Licht stehen (Fenster im Rücken). Es wird vorgeschlagen, die Pulte an der Fensterfront anzubringen, auch die Fenster so hoch zu ziehen, daß auf der Fensterseite noch kleine Labortische aufgestellt werden können. Der Einbau von Glasröhren auf der Meßtafel (z.B. Hg-Manometer) wird von Dr. Berger verworfen, da bei Bruch der Glasröhren die Meßtafel verschmutzt wird. Nach Möglichkeit sollen in Schkopau für alle Messungen Fernanzeigen eingebaut werden.

III. Destillation

Die Destillationkolonne ist aus Aluminium. Ab Neutral-Aldol ist Eisen peinlichst zu vermeiden, Spuren Eisen inaktivieren den Hydrierkontakt. Auch der Wiederaufkocher ist aus Aluminium. Es sind Versuche gefahren worden mit einem Wiederaufkocher aus Kupfer. Es hat sich aber herausgestellt, daß sich im Kupferverdampfer starke Krusten bildeten. Die Verkrustung tritt auch im Aluminiumverdampfer, wenn auch in geringem Umfang auf (Phosphatkruste). Die Verdampfer müssen alle Vierteljahre geputzt werden. Es ist aber nicht notwendig, deshalb die Kolonne mit 2 Verdampfern zu versehen, sofern eine Reservekolonne vorhanden ist. Das Anfahren einer Kolonne erfordert nur wenig Zeit, da im Sumpf nur ca. 200 l Flüssigkeit stehen. Zum Anfahren der Kolonne wird diese mit Stickstoff gefüllt. Hierauf wird das Produkt zugefahren und die Kolonne aufgeheizt, bis sie Druck bekommt. Der Druck wird über Dach abgelassen und dadurch der Stickstoff entfernt. Die Kolonne selbst ist nicht mit Stickstoff belüftet. Die Inertgase werden im Kondensator abgezogen. Die Aldehydvorlage ist mit dem Kondensator durch eine Belüftungsleitung verbunden. Ein Eintreten von Sauerstoff in die Kolonne, und damit Oxydationen in der Kolonne, ist also nicht möglich oder zum mindesten wenig wahrscheinlich. Eine Zumischung von Wasser vor Eintritt in die Destillationskolonne erfolgt in Schkopau nicht mehr. Das zur Reduktion notwendige Wasser wird in dem Gefäß für kaltes und warmes Aldol zugesetzt, und wird mit einer Wasseruhr gemessen. Das Dosierungsventil befindet sich am Bedienungsstand. In Schkopau wird in den Sumpf der Kolonne wie bisher noch Einspritzdampf eingeblasen. Es besteht aber die Absicht, hiervon abzugehen. Dieser Einspritzdampf wird aus der Niederdruckleitung entnommen. Der Dampfdruck wird mit Askania-Regler geregelt, die Dosierung erfolgt durch ein Bedienungsventil am Bedienungsstand. Nach Angaben von Schkopau wechselt das pH des Einspritzdampfes sehr, sodaß sich mit dem Einspritzdampf auch das pH des Reinaldols ändert. Das Einspritzen von Dampf hat ausserdem infolge örtlicher Überhitzung Crotonaldehyd-Bildung zur Folge. Der Heizdampf für den Wiederaufkocher wird bisher nicht geregelt. Eine Regelung ist aber vorgesehen. Der Wiederaufkocher wird mit Niederdruckdampf gefahren. Der Betriebsdruck wechselt zwischen 1.2 - 2.5 atü maximal. Der zur Verfügung stehende Niederdruck in Schkopau ist 2.6 atü. Ein wesentlich höherer Druck darf nicht zugelassen werden, da bei 3 atü die Festigkeit des Aluminiums sehr absinkt. Es wurden Versuche unternommen, den Wiederaufkocher mit höherem Dampfdruck zu betreiben, mit dem Ziel, durch möglichst schnelle Aufheizung die Verweilzeit im Wiederaufkocher wesentlich abzukürzen. Diese Versuche sind bisher gescheitert, gelten aber noch nicht als abgeschlossen. Der Heizkörper muß in diesem Falle aus legiertem Stahl erstellt werden. Bei einer Heizfläche von 50 qm ist nach Schkopauer Angaben die Leistung eines Wiederaufkochers 6.5 t Aldol 100% /h, was einer Leistung des Aldolisators, von 7.5 t/h entspricht (ein Teil des Aldols wird in der Kolonne in Acetaldehyd gespalten). Schkopau ist bemüht, von dem 4-stufigen Verdampfer auf einen einstufigen Verdampfer überzugehen. Die Heizfläche hierfür wird mit 90 qm veranschlagt.

Entlüftungsleitungen:

Die Entlüftungsleitungen sind neben dem Kondensator in einer Pfeife zusammengefasst. Die Abzweigungen gehen:

- 1) zur Tauchung
- 2) zum Kondensator
- 3) zur Aldehydvorlage
- 4) zum Entlüftungstopf über Dach

Die Pfeife hat eine Entleerung. Nach Schkopauer Ansicht ist es wichtig, die Belüftungsleitungen zu heizen und zu isolieren, da in ihnen Kondensationen auftreten und die kondensierten Flüssigkeiten einfrieren können. Die Entlüftungsleitungen sind mit Gefälle zu einer automatischen Entleerung verlegt. Nach Schkopauer Ansicht brauchen die Stickstoffleitungen, sofern in ihnen kein Kondensat steht, nicht phenyltaliert zu werden. Am Tiefpunkt befindet sich ein phenyltaliertes Kessel, aus welchem das Kondensat etwa zweimal pro Schicht in den Sammelbehälter für Aldehydwasser für die Stickstoff-Berieselung gedrückt wird. Dieses Aldehydwasser ist schwach sauer. Zum Fördern werden Tonpumpen benutzt. Silumpumpen haben sich nicht bewährt. Guronit-Pumpen sind geeignet. Die Aldehydwasser-Leitungen sind ebenso wie der Sammelbehälter phenyltaliert

Waschturm:

Es ist eine phenyltalierte Eisenröhre mit 400 mm Durchmesser, 12 m Höhe mit Raschigringen gefüllt. Die Aufgabe ist ca. 200 l Aldehydwasser /h. Die Kolonne wird für Auschwitz ausreichen, für Schkopau ist sie etwas zu klein geworden. Die Konzentration des Aldehydwassers soll unter 5% bleiben. Dieses Aldehydwasser wird in einer Ausquetschkolonne destilliert, welche mit direktem Dampf betrieben wird. Der Rücklauf wird mit Kondenswasser gefahren, das Destillat wird in einer Vorlage gesammelt. Der Sumpfablauf wird auf weitgehende Aldehydfreiheit durch eine Trübungsprobe mit Schwefelkohlenstoff untersucht.

Kondensatwasser:

Das Kondenswasser wird benutzt:

- 1) als 80° warmes Heizwasser
- 2) wird es in einem kleinen Imperial-Wärmeaustauscher auf 40° abgekühlt und als Waschwasser z.B. für die Zentrifuge, zum Waschen der Reinaldoleitungen
- 3) als Heizflüssigkeit für die Phosphorsäure-Leitungen benutzt.

Der Sammelbehälter für das Kondenswasser ist aus Aluminium. Sofern der Dampf neutral oder schwach alkalisch ist, kann als Werkstoff auch Eisen benutzt werden. In diesem Falle muss der Behälter aber mit Stickstoff belüftet werden und unbedingt Sauerstoff ausgeschlossen sein. Als Werkstoff für Leitungen, welche beständig von Kondenswasser durchflossen werden, verwendet Schkopau neuerdings Eisen. Leitungen, in welchen Kondenswasser steht, müssen dagegen aus Aluminium sein. Für Kondensatwasser-Pumpen wird Eisen oder Bronze benutzt.

Zusammensetzung des Reinaldols:

Schkopau wendet z.Zt. die spritarne Fahrweise an. Die Zusammensetzung des Reinaldols ist etwa folgende:

66%	Aldol	100%
25%	Wasser	
4.3%	Acetaldehyd	
1.6%	Crotonaldehyd	
2%	Rückstand	

Bei 50%igem Umsatz im Aldolisator und der spritarmen Fahrweise ist der Durchsatz des Acetaldehyds durch die Kolonne sehr groß. Schkopau will deshalb davon abgehen, eine neu zu errichtende Kolonne abzusetzen.

Rückaldehyd:

Der Rückaldehyd ist sehr rein (wesentlich reiner als der eingesetzte Aldehyd). Er wird nicht im Tanklager gelagert, sondern fließt über das 30 cbm -Zwischengefäß in die Aldolisation zurück.

IV. Tanklager

Schkopau schlägt vor, das Tanklager so anzulegen, daß die Produktion von $1\frac{1}{2}$ Tagen gelagert werden kann. Folgende Produkte sind zu lagern:

- 1) Frischaldehyd
- 2) Rohaldol
- 3) Reinaldol
- 4) Phosphorsäure
- 5) 50%ige Kalilauge

Ausser den Lagerbehältern für Phosphorsäure und Kalilauge schlägt Schkopau vor, folgende Behälter aufzustellen:

- 1) Acetaldehyd: 5 - 6 Tanks à 60 cbm
- 2) Rohaldol: 2 Tanks à 60 cbm
- 3) Reinaldol: 2 Tanks à 60 cbm
- 4) Reserve für Roh- und Reinaldol gemeinsam: 1 Tank à 60 cbm

Eine Beheizung der Tankserscheint nach Schkopauer Ansicht nicht erforderlich. Nur für den Reinaldoltank wird aus Sicherheitsgründen eine Beheizung vorgeschlagen (nicht mit Dampf- sondern mit Heißwasserbeheizung). In die Erde verlegte Tanks brauchen nicht geheizt werden.

Werkstoff:

Es wird vorgeschlagen, eiserne Tanks mit Oppanol auszukleiden. Das Oppanol darf nicht in der Kälte und muß mit größter Sorgfalt aufgetragen werden (ständige Kontrolle). Eine Gummierung ist nicht brauchbar, da Gummi quillt. Ebenso quillt Buna etwas. Als Dichtungsmaterial ist letzteres aber brauchbar. Zu- und Ableitungen sind doppelt zu verlegen, und zwar völlig unabhängig voneinander.

In Schkopau sind aufgestellt:

10 Tanks à 60 cbm für Acetaldehyd. Jeder Tank ist mit einer Sommerberieselung und einer Feuerlöschberieselung versehen. Das Bedienungsventil für die Feuerlösch-Leitung befindet sich auf der Strasse vor dem Tanklager unmittelbar hinter der Abzweigung von der Hauptwasserleitung.

6 weitere Aldehyd-Tanks. Diese werden unterirdisch verlegt. Der Durchmesser der Belüftungsleitungen für die Tanks muß so groß gewählt werden, daß die Leitungen die gesamte Pumpenleistung aufnehmen können. Aluminium-Tanks werden bei zu engen Belüftungsleitungen und Überfüllung der Tanks aufgeblasen und reißen unter Umständen. Es ist vorgesehen, in Schkopau die unterirdisch verlegten Tanks mit der Stirnseite aus dem Erdreich heraus-

ragen zu lassen und oben ein Mannloch anzubringen.

In Schkopau sind ferner vorhanden:

2 Tanks à 60 cbm für Reinaldol und 2 Tanks à 60 cbm für Rohaldol. Die Aldoltanks haben ihren Abgang im Boden. Der Abgangstutzen ragt etwas über den Boden, damit die sich am Boden abgelagerten Salze nicht in die Leitung eintreten können. Schkopau hat sämtliche Leitungen doppelt verlegt. Die Belüftungsleitung geht über einen Blubbertopf. Die Blubbertöpfe sind nach der Schkopauer Ausführung etwas zu niedrig. Sie müssen ca. 20 - 30 cm höher sein. Reinaldol muß mit einem Vordruck von etwa 2.5 atü zur Hydrierung gefördert werden.

Meßorgane:

Im Tanklager wird gemessen: Zugang Acetaldehyd, Abgang Reinaldol. Für diese Messungen sind je 2 Ovalradmesser vorhanden.

Pumpenstube:

In der Pumpenstube der Aldolfabrik stehen sämtliche Pumpen in Tassen. Die Tassen haben einen Ablauf in einen Kanal, welcher hinter den Pumpen eingebaut ist. Aus diesem Kanal wird in eine Grube entwässert, aus welcher in die Abwasserleitung gepumpt wird. Die Raumentlüftung erfolgt durch Absaugung mit einem Ventilator ebenfalls aus einem Kanal, welcher hinter den Pumpen angeordnet ist. Aus diesem Kanal sind Stutzen in den Raum geführt. Gleichzeitig wird Frischluft an beiden Enden der Pumpenstube eingedrückt. Die Frischluft kann geheizt werden.

Brandbekämpfung:

Acetaldehyd ist praktisch nicht zu löschen. Die Bekämpfung eines Acetaldehyd-Brandes mit Schaumlöschmitteln hat nur Aussicht auf Erfolg, wenn der Acetaldehyd mit der zehnfachen Wassermenge verdünnt ist. Wegen dieser Schwierigkeit der Brandbekämpfung sollen in Schkopau die Acetaldehydtanks eingeschlämmt werden. Reinaldol lässt sich mit Schaumlöschmitteln löschen. Rohaldol steht in seinem Verhalten gegenüber Löschmitteln etwa zwischen Acetaldehyd und Reinaldol. Es muss mit etwa der gleichen Menge Wasser verdünnt werden, bevor ein Löschen mit Schaum möglich ist.

V. Belegschaft

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

Schichtarbeiter:

- 1 Schichtmeister
- 1 Vorarbeiter für Aldolisation und Schleuderhaus,
- 1 Vorarbeiter für Destillation und Tanklager
- 4 Aldolisatorenfahrer, 3 Schleuderfahrer, 2 Kolonnenfahrer
- 1 Pumpenwärter für Aldolisation und Schleuderhaus
- 2 Pumpenwärter für Destillation und Tanklager
- 2 Tankwärter
- 1 Pumpenschlosser