

H o c h d r u c k

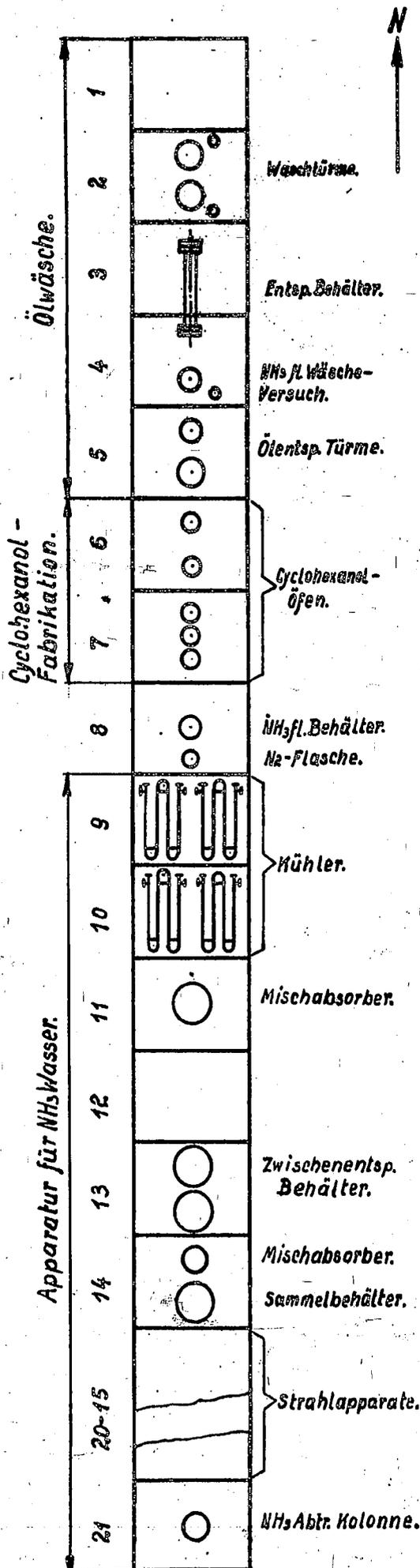
Dr. Koppe  
Dr. Korn

Ol. Dürrfeld

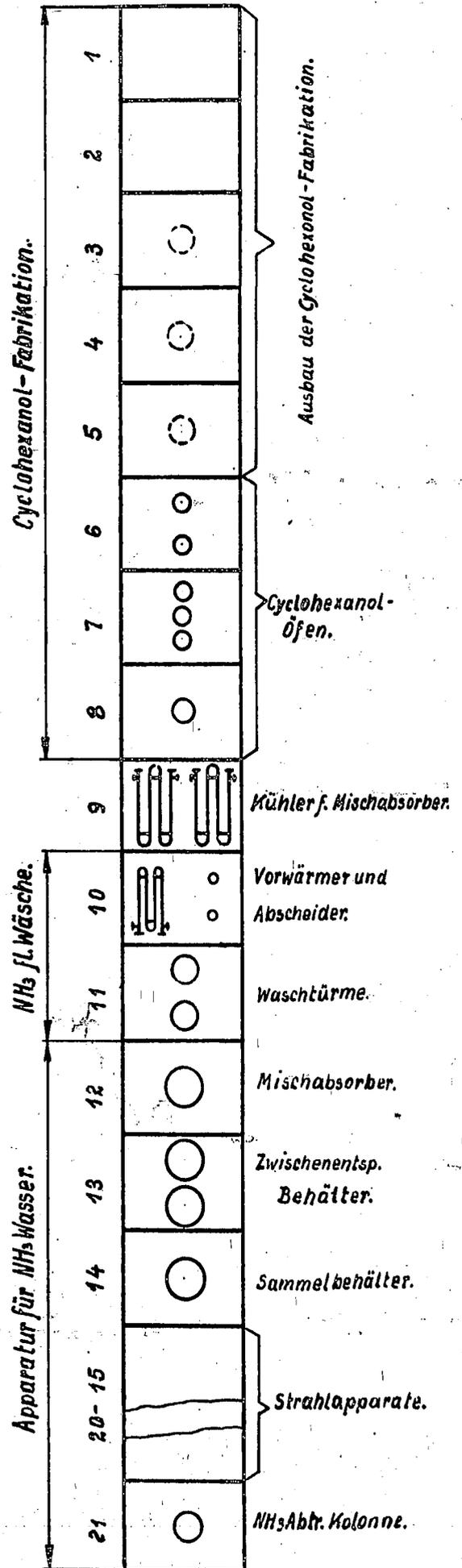
# Ammoniakfabrik Bau 11.

## Apparategerüst.

Stand Anfang 1939.



Geplanter Umbau.



Ammoniakfabrik

Betrieb: Dr. Reuscher  
Dr. Käding

Reparaturen: Dr. Rabes  
DI. Haeseler

Arbeiten in 1939:

Die geplante Vorreinigung des gesamten Frischgases durch Voröfen und der dafür erforderliche Ausbau der Kammern 2, 4, 6 und 8 als Doppelkammern mit Vollraumöfen wurde zur Hälfte durchgeführt.

Im Apparategerüst von Bau 11 wurde versuchsweise eine Teilwäsche des Endkreislaufgases mit flüssigem Ammoniak bei 200 Atm. zur Entfernung der Inertgase betrieben (Gasmenge 2000m<sup>3</sup>/h), wobei sich ergab, daß die bisherige Ölwäsche vorteilhaft durch eine Wäsche mit dem gesamten anfallenden flüssigen Ammoniak ersetzt werden kann.

Die analytische und wirtschaftliche Überprüfung der Kryptongewinnung aus den Rückgasen der Ammoniakfabrik ergab, daß diese infolge der geringen Krypton-Konzentration unwirtschaftlich ist.

Im Gas-Sonderkreislauf wurde die Leistung eines 800er Ofens untersucht, der mit einem im Lichtbogenofen umgeschmolzenen und mit Sauerstoff nachbehandelten Kontakt beschickt war. Hierbei wurde trotz hohen Ammoniakgehalts am Ofeneingang eine hohe Ofenleistung (75 Tato N) und ein hoher Umsatz von 8 - 9 % erzielt. Dadurch ergab sich eine Steigerung der Ammoniak-flüssig-Abscheidung im Wasserkühler von 55 - 60 % auf 75 - 80 %.

Die Versuchsanlage, mit der die Leistung eines 500er Ofens bei 325 Atm. Druck festgestellt werden soll, kann wegen Störungen und Reparaturen am Ofen und an der Maulwurfpumpe erst 1940 in Betrieb genommen werden.

Erstmalig wurde ein 800er Ofen mit außenliegendem Vorheizer betrieben, dessen Vorteile folgende sind: Verringerung des Widerstandes durch Wegfall des zentralen Rohres und zusätzliche Gewinnung von ungefähr 10 % Kontaktraum. Eine Betriebsstörung am Verbindungsstück zwischen Vorheizer-Ausgang und Ofen-Eingang bedingt noch technische Verbesserungen.

Durch eine Vorreinigung des Frischgases in zwei 500er mit M-Kohle beschickten Hochdruckmänteln vor einem Vorofen wurde eine Verdoppelung der Lebensdauer des Vorofenkontaktes erzielt.

Arbeiten für 1940:

Zur Auswaschung der Inertgase aus den Endkreislaufgasen wird eine Ammoniak-flüssig-Wäsche an Stelle der bisherigen Ölwäsche eingerichtet.

An Stelle der den Endkreislauf betreibenden, nur zur Hälfte ausgenutzten Kolbenumlaufpumpe ist eine Maulwurfpumpe mit ca. 50 000 m<sup>3</sup>/h Kapazität vorgesehen. Weitere 3 Maulwurfpumpen (zu je 100 000 m<sup>3</sup>/h) sollen auf der Westseite von Bau 14 zur Erhöhung der Umlaufpumpenkapazität aufgestellt werden.

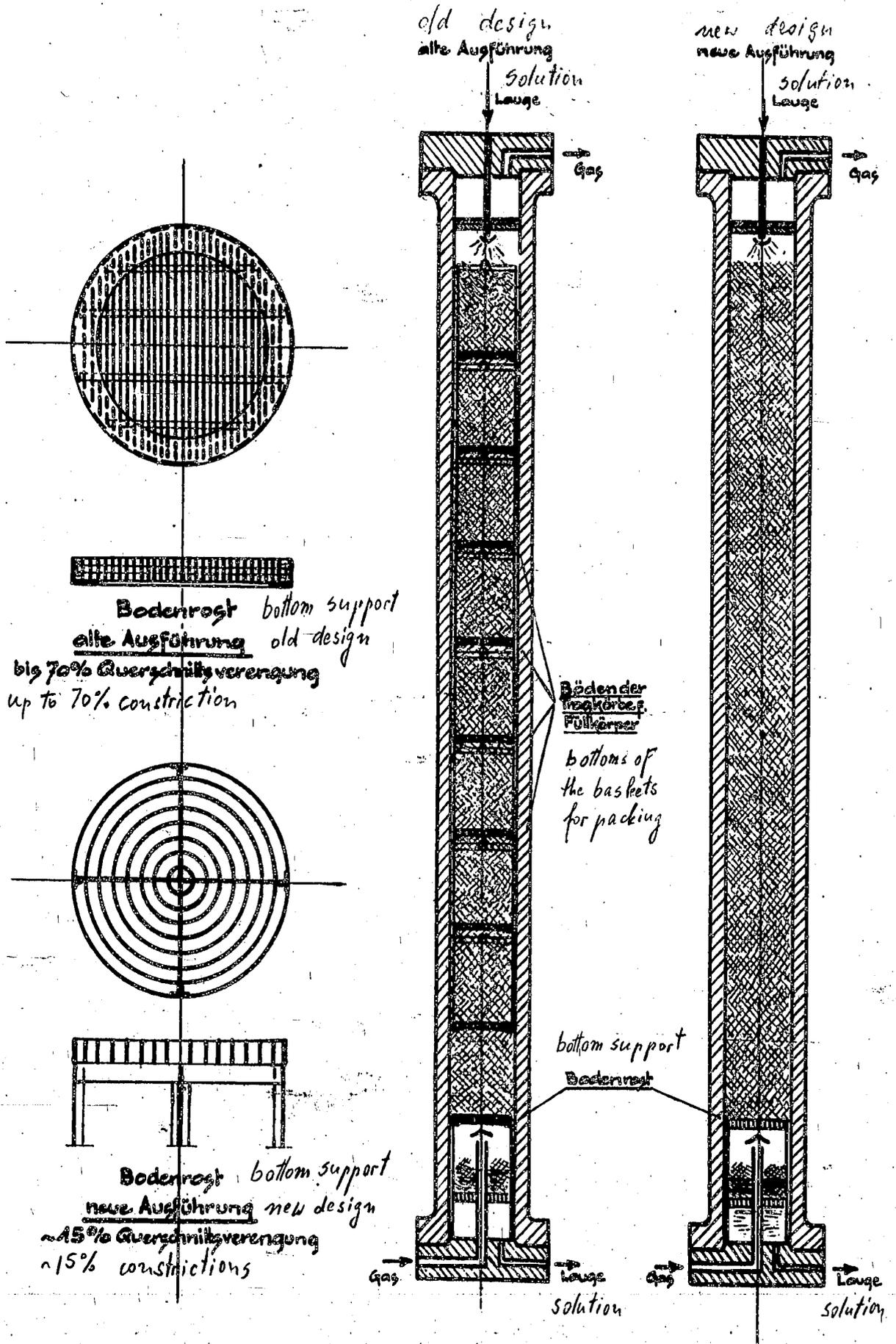
Eine zentrale Vorreinigung des Frischgases mit M-Kohle in 600er Mänteln soll in den Abscheidergruben zwischen Bau 10 und 11 und Bau 106 und 107 eingerichtet werden.

Durch die Aufstellung der Ammoniak-flüssig-Wäsche werden im nördlichen Apparategerüst von Bau 11 einige Felder frei, die für die Erweiterung der Cyclohexanol-fabrikation bestimmt sind.

# Wasserstoff-Reinigung $H_2$ purification

Kupferlauge wascher *Cu solution washer*

Begeitigung von Querschnittsverengungen  
Removal of constrictions



Wasserstoffreinigung

Betrieb: Dr. Hegge  
Dr. van Heyden

Reparaturen: Dr. Funke

Arbeiten in 1939:

Die Vorrichtung zur Reduzierung der Lauge unter Druck in Bau 106 hat sich gut bewährt; auch in Bau 10 und 334 wurde je eine Druckreduzier-Apparatur aufgestellt.

Die Rückgaswascher in Bau 106 wurden umgebaut. Statt der bisherigen 2 Wascher wurden 4 zu je 2 übereinander aufgestellt. Dadurch wurde die Reinheit des Gases von 150 auf 20 mg  $\text{NH}_3/\text{m}^3$  verbessert, und der Frischwasserverbrauch konnte von 2,0 auf 0,8  $\text{m}^3/\text{h}$  gesenkt werden.

Die Laugebremse wurde bei weiteren 20 Waschern eingebaut. Der Wasserstoffgehalt im Rückgas verringerte sich dadurch von 18 auf 13 %.

Am 14.5.39 zerbarst in Bau 41 ein Entspannungsmaschinenzylinder in zwei Teile. Der Bruch wurde verursacht durch einen Riß, der von einer Anbohrung ausging. Da an 6 Zylindern von Entspannungsmaschinen, die aus Ofenmänteln der Ammoniakfabrik hergestellt wurden, solche Anbohrungen vorhanden sind, mußten aus Sicherheitsgründen sofort die beiden Maschinen in Bau 10 abgestellt werden.- Es wurden dann alle Entspannungsmaschinenzylinder auf ihre Festigkeit geprüft, wobei sich ergab, daß weitere 3 Zylinder im Material nicht einwandfrei sind und sobald wie möglich durch neue ersetzt werden müssen.- Die Wasserstoffreinigung war hiermit bis zur Aufstellung einer vom Werk Pölitz leihweise übernommenen Entspannungsmaschine (Ende September) Engpaß in der Stickstoffproduktion.

Die Kapazität von Bau 10 wurde durch folgende Maßnahmen weiter gesteigert: Aufstellung einer zweiten Entspannungsmaschine, Austausch eines zweiten 500- $\phi$ -Kupferlaugewaschers gegen einen 800  $\phi$ , Austausch eines zweiten 500- $\phi$ -Nachwaschers gegen einen 800  $\phi$ , Erweiterung aller Gasleitungen an der Nachwaschung von 90  $\phi$  auf 120  $\phi$ , Erweiterung der Laugeleitungen entlang den Waschern von 90  $\phi$  auf 120  $\phi$  und Aufstellung eines fünften Laugekühlers.

In der Regenerationsanlage von Bau 334 wurde ein vierter Entspannungsbehälter errichtet, um bei gleichzeitiger Hy- und Sti-Gas-Reinigung die Rückgase getrennt verwenden zu können.

Die Wascherleistung wurde bei einem Versuchswascher durch Beseitigung von Querschnittsverengungen, die durch Bodenrost und die Böden der Tragkörbe für Füllkörper gebildet werden, um ca. 30 % gesteigert.

Die Leistung der Kupferlangereduzieranlage wurde in Abhängigkeit von Druck, Temperatur und Verweilzeit der Lauge im Behälter systematisch untersucht. Die Ergebnisse dienen als Unterlage bei der Projektierung neuer Werke.

Arbeiten für 1940:

Die 9 auszuwechselnden Entspannungsmaschinen-Zylinder werden im Laufe des Jahres ersetzt.

Außerdem sollen 2 weitere Entspannungsmaschinen aufgestellt werden, um regelmäßige Revisionen ohne Betriebseinschränkung durchführen zu können.

Aus Sicherheitsgründen sollen für die Entspannungsmaschinen von Bau 10 und Bau 334 Neubauten errichtet werden.

In Bau 10 und 334 sollen die Rückgaswascher wie in Bau 106 umgebaut werden.

Die Querschnittsverengungen in den Kupferwaschern sollen laufend beseitigt werden.

Gleichzeitig sollen Laugebremsen bei allen Waschern eingebaut werden; der Wasserstoffgehalt im Rückgas wird dadurch auf etwa 10 - 12 % sinken.

Zur besseren Kontrolle jedes einzelnen Waschers soll an jedem Wascher von Bau 106 ein CO-Schreiber angebracht werden.

In Bau 334 soll die Laugekühlanlage zwecks Leistungssteigerung umgebaut werden.

# Gaskompressoren.

Gas compressors

Stand am 31. 12. 1939

status 12-31-1939

Distribution of various compressor types according to buildings and production



Verteilung der verschied.



Kompressor-typen

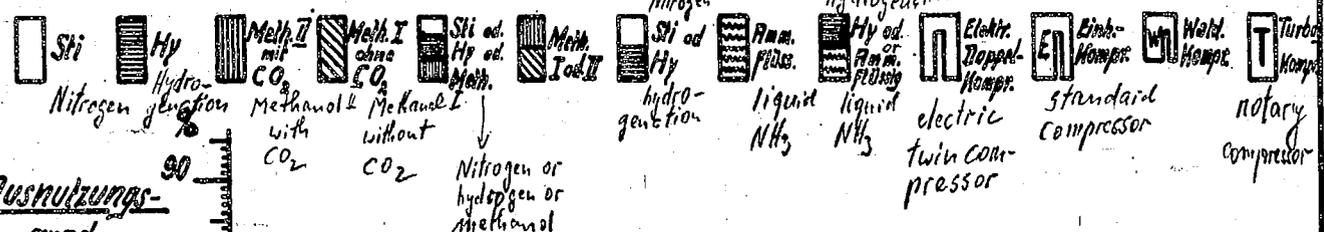


auf die Betriebe und die Produktion.



H → S

O ← W



Ausnutzungs-grad in %

% of capacity utilized

Revolutions Umdr./Min minute

Umdrehungen Revolutions

15000

10000

5000

Mögliche Umdr. potential revolutions

Tatsächl. Umdr. actual revolutions

Jan. | Febr. | März | April | Mai | Juni | Juli | Aug. | Sept. | Okt. | Nov. | Dez.

Gaskompressorenbetrieb

Betrieb: Dr. Weissenfels  
Dr. Appel

Reparaturen: L. Gleitz  
Dr. Prell (bis 1.7.)  
Dr. Lang (ab 1.7.)

Arbeiten in 1939:

Von den für das Jahr 1939 vorgesehenen neuen Kompressoren sind aufgestellt worden:

ein großer elektrisch angetriebener Doppelkompressor mit einer Kontaktgasansaugemenge von 24 000 m<sup>3</sup>/h und einer Leistung von 6 200 kW (Bau 165), zwei neue elektrisch angetriebene Einheitskompressoren mit einer Ansaugemenge von je 16 000 m<sup>3</sup>/h und einer Leistung von je 4 000 kW in einem Neubau (Bau 187).

Ein Zusatzkompressor für Hy-Kontaktgas wurde in einen elektrisch angetriebenen Doppelkompressor umgebaut (Bau 150). Er dient auch für die Ammoniakverflüssigung.

Der Turbokompressor, der im November 1938 erstmalig für den Betrieb angefahren wurde, konnte im Jahre 1939 nur 14 Wochen für die Produktion gefahren werden. In der Nähe der Betriebsdrehzahl von 4300 Umdreh./Min. traten immer wieder unzulässige Vibrationen auf, so daß trotz vielfacher Änderungen und Versuche kein einwandfreier Lauf des Turbos zu erreichen war. Die Änderungen, die Vibrationen zu beseitigen, betrafen: Abschrumpfen und Aufschrupfen der Laufräder, Auswuchten der Läufer, Verwendung von Novotext- statt Bronzebüchsen für Kupplungspolzen, Vergrößerung des Lagerspiels, Einarbeiten von Ölnuten in die Lagerschalen, Wärme- und Schwingungsmessungen am Fundament, Einstechen der Niederdruckläuferwelle, um die Eigenschwingungszahl herabzusetzen usw. Schließlich wurden die Lagerschalen der Turbine und des Niederdruckläufers so verändert, daß eine festere Lagerung der Welle in den Schalen erzielt wurde und der Druck des Öls erst bei seinem Austritt aus den Lagern gedrosselt wird. Diese Maßnahme führte schließlich zu einem ruhigen Lauf des Turbos, so daß er Anfang November wieder auf Produktion gefahren werden konnte.

Der Ausnutzungsgrad der Gaskompressoren betrug Ende des Jahres 1938 = 80 % und hat sich dieses Jahr im Mittel auf diesem Wert gehalten. Wenn auch kein großer Maschinenbruch und keine größeren unerwarteten Maschinenschäden eingetreten sind, so mußten doch viele außergewöhnliche Reparaturen gemacht werden. Alle Anrisse wurden aber bereits bei der Untersuchung der gefährdeten Maschinenteile (Gewinde, Hohlkehlen usw.) gefunden oder wurden vom Betrieb noch rechtzeitig entdeckt, so daß kein größerer Bruch der Maschine eintrat.

Neben den bekannten Dauerbrüchen (Gewinde von Kolbenstangen, Gasmaschinenrahmen und -Mittelführungen, III. Stufenkolben) traten als Neuerscheinungen auf: Dauerbrüche an den Zylindern der IV. bzw. V. Stufe. Hier mußten 6 von 24 ausgewechselt werden. Die Risse gingen von Seigerungen aus. Nach Rücksprache mit den Stahlwerken sollen diese von jetzt ab durch neue Herstellungsvorschriften vermieden werden. Außerdem trat am Schubstangenzapfen einer Großgasmaschinen-Kurbelwelle ein Dauerbruch im Schrumpf auf. Weitere 9 Kurbelwellen haben die gleiche Konstruktion.

Um die Gasmaschinen mit einem Kraftgas von höherem H<sub>2</sub>-Gehalt bei niedrigem Heizwert fahren zu können, sind jetzt von 33 Gasmaschinen 18 mit Luftzusatzventilen ausgerüstet worden. Die versuchsweise eingeführte höhere Kompression brachte keine wesentliche Verbesserung.

Arbeiten für 1940:

Ein dritter Einheitskompressor wird in dem Neubau 187 aufgestellt und soll im März in Betrieb genommen werden. Der letzte noch vorhandene einfache Zusatzkompressor für die NH<sub>3</sub>-Verflüssigung wird in einen Doppelkompressor umgebaut. Die restlichen 7 Großgasmaschinen und 8 Zusatz-Gasmaschinen werden mit Luftzusatzventilen ausgerüstet.

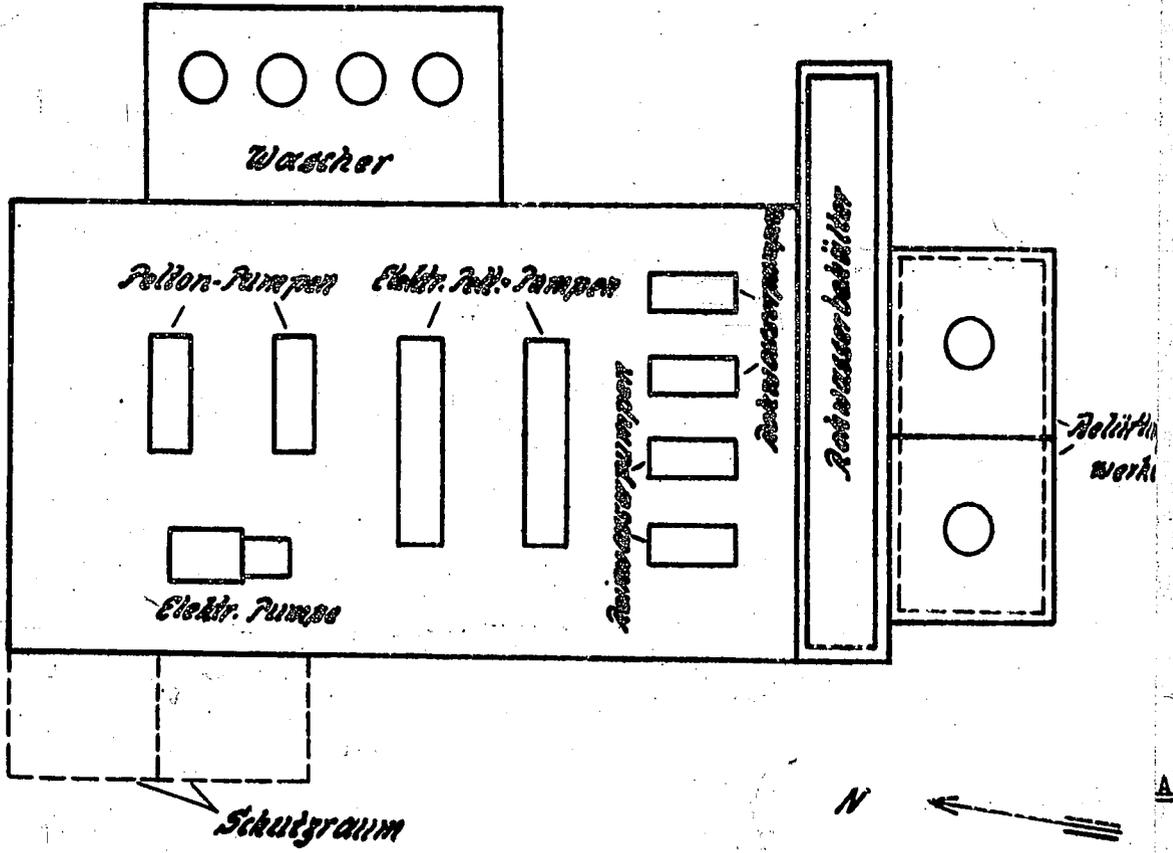
Für den Turbokompressor ist ein umfangreiches Versuchsprogramm vorgesehen (neuer Niederdruckläufer, Wasser- und Staubabscheidung, Leistungsmessungen). An den Kolbenkompressoren soll durch Verbesserung der Kühlung die Leistung gesteigert werden; außerdem sollen Versuche über Regelvorrichtungen für die Fördermenge durchgeführt werden.

75  
Druckwasserreinigung.

Neuer Bau 78.

Reinigungsbau

Wasserregeneration



Reinigungsbau 169

## Druckwasserreinigung und Wasserregeneration

Betrieb: DI. Schindler  
 DI. Lüttge (bis 1.7.)  
 DI. Prell (ab 1.7.)

Reparaturen: DI. Prell (bis 1.7.)  
 DI. Lang (ab 1.7.)

### Arbeiten in 1939:

Das für die beiden südlichen Reinigungsbauten (9 und 105) allein vorhandene gemeinsame Belüftungswerk Bau 248 mußte infolge der hohen Produktion vorübergehend stark überlastet gefahren werden. Dazu wurde die Leistung der Reinwasserpumpen durch Auswechslung einer Pumpe um 1 000 m<sup>3</sup>/h erhöht.

Gleichzeitig wurde mit der Errichtung eines eigenen Belüftungswerkes für den Bau 9 an seiner Nordseite mit einer Leistung von 4 200 m<sup>3</sup>/h begonnen.

Zur Erhöhung der Gesamtleistung der Druckwasserreinigung um 70 000 m<sup>3</sup>/h Rohgas (im Winter 100 000 m<sup>3</sup>/h) wurde ein Neubau entworfen und sofort in Angriff genommen. Zwecks Einsparung von Bedienung wurde der Querschnitt der Wascher auf nahezu das Dreifache der bisherigen vergrößert und zur Erzielung eines besseren Wirkungsgrades der Wascher von bisher 16,0 m auf 19,5 m erhöht. Der Bau erhält ein eigenes Belüftungswerk.

Die Rohgaszuführung zum Reinigungsbau 335 wurde im Hinblick auf das infolge der hohen Produktion notwendige vollständige Ausfahren aller dort vorhandenen Wascher entsprechend erweitert.

Bei Ausfall der Kohlensäure als Schutzgas soll der Reinstickstoff von Bau 247 als Schutzgas verwendet werden. Dafür wurde eine Verbindung zwischen dem Stickstoff- und Kohlensäurenetz hergestellt. Außerdem wurde eine Leitung verlegt, die es ermöglicht, die beiden Scheibengasometer als Vorratsbehälter für Schutzgas zu benutzen.

Der Wirkungsgrad der Wascher, d.h. der theoretische Wasserverbrauch bezogen auf den wirklichen Wasserverbrauch, beträgt bisher je nach Jahreszeit 72 bis 82 %. Versuche mit einem Wascher, dessen Füllkörperschicht von 10,2 auf 15,2 m erhöht wurde, ergaben Wirkungsgrade von 88 bis 96 %.

### Arbeiten für 1940:

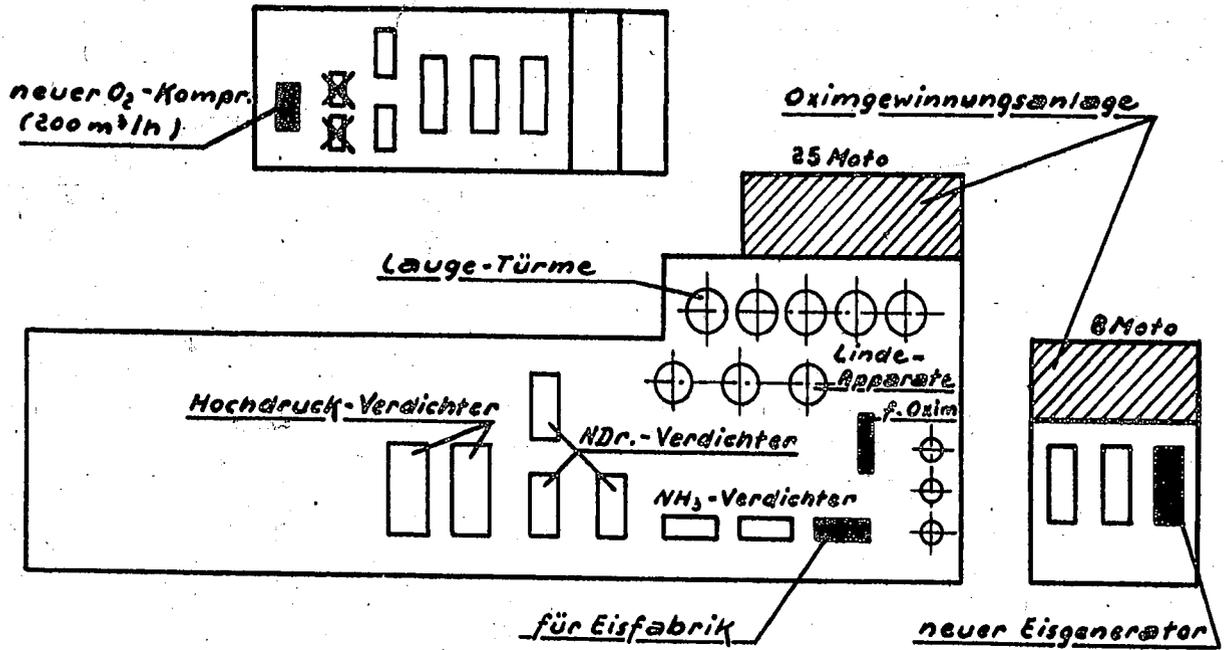
Der Neubau der Druckwasserreinigung und der zugehörigen Wasserregeneration östlich Bau 169 wird voraussichtlich im Spätsommer betriebsfertig sein.

Das neue Belüftungswerk nördlich Bau 9 wird im Laufe des Frühjahrs in Betrieb genommen werden können.

Auf Grund der sehr günstigen Versuchsergebnisse mit erhöhter Füllkörperschicht sollen die 10 Wascher von Bau 9 um je 5 m erhöht werden.

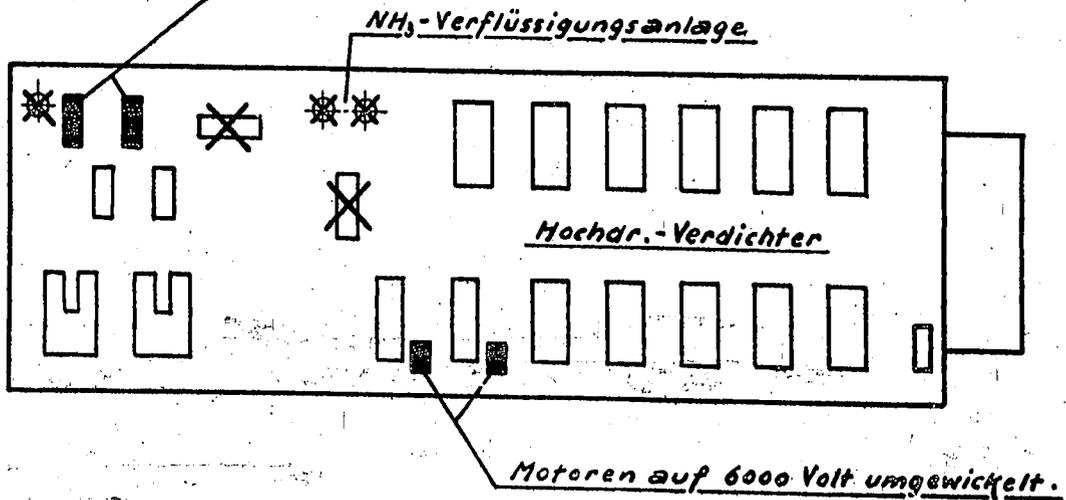
# Stickstoff- und Sauerstoff-Fabrik

Bau 337 u. 337a



Bau 12

neue Umläufpumpen für Amyl-Alkohol-Hyd.



Stickstoff-, Sauerstoff- und Krypton-Fabrik Bau 247, 337, 337c, 343

Betrieb: DI. Lüttge  
Dr. v. Friedolsheim

Reparaturen: DI. Gebhardt-Friedrich

Stickstoff- und Sauerstoff-Fabrikation:

Arbeiten in 1939:

Die durch die Errichtung eines Gasometers für Kraftgas aus Sicherheitsgründen notwendig gewordene Verlängerung der Luftansaugleitung um ca. 100 m im Nordwesten des Werkes über die Reichsbahn wurde ausgeführt.

Die vier für die Lieferung von reinem Stickstoff neben Sauerstoff umgebauten Linde-Fränk-Apparate leisten je 10 - 11 000 m<sup>3</sup>/h Stickstoff mit einer Reinheit von durchschnittlich 99,8 %. Davon wurden laufend insgesamt etwa 25 000 m<sup>3</sup>/h für die Ammoniaksynthese, als Preßstickstoff und Schutzgas verwertet. Betriebliche Schwierigkeiten haben sich dabei nicht ergeben.

Um das Werk auch bei Ausfall der Kohlensäure mit Schutzgas versorgen zu können, wurde eine Verbindung zwischen dem Stickstoff- und Kohlensäurenetz hergestellt. In diesem Falle stehen 40 000 m<sup>3</sup>/h Stickstoff (99,8 %ig) als Schutzgas zur Verfügung.

Arbeiten für 1940:

Die alte Linde-Anlage soll eventuell an Waldenburg abgegeben werden. Da die hierfür benötigten Hochdruckluft-Verdichter für die Sauerstoff-Fabrik in Betrieb sind, müssen von den im Bau 343 vorhandenen sechs Hochdruck-Verdichtern zwei für Hochdruck-Luft zur Verfügung gestellt werden.

Die übrigen Hochdruck-Verdichter werden für Synthesegas verwendet mit Ausnahme einer Maschine, die auch als Reserve für Hochdruck-Luft verwendet werden kann.

Krypton-Gewinnung:

Arbeiten in 1939:

Eine Zentral-Anlage für die Gewinnung des Kryptons aus dem gesamten in der Linde-Fränk-Anlage anfallenden Sauerstoff wurde nicht errichtet, da der Mehrbedarf an Krypton vorläufig noch nicht vorhanden ist. Aus demselben Grunde ist auch der geplante Umbau der drei älteren Säulen unterblieben.

Die vorhandenen Naßverdampfer zur schnellen Verdampfung des kryptonhaltigen Sauerstoffes sind gegen Trockenverdampfer ausgewechselt worden. Damit sind Störungen, die durch den Wasserdampf hervorgerufen wurden, ausgeschaltet.

Die Leistung stieg von etwa 25 m<sup>3</sup>/Monat im Jahre 1938 auf im Durchschnitt des Jahres 1939 etwa 32 m<sup>3</sup>/Monat.

Durch die Erhöhung der Produktion wurde die Auswechslung eines Ofens für die Kohlenwasserstoff-Verbrennung von 25 m<sup>3</sup>/h Durchsatz durch einen solchen von 50 m<sup>3</sup>/h erforderlich.

Arbeiten für 1940:

Um eine gleichbleibende Krypton-Produktion auch beim Tauen einer Säule zu gewährleisten, soll die 25 m<sup>3</sup>/h Reinkrypton-Säule gegen eine solche von 60 m<sup>3</sup>/h Durchsatz ausgewechselt werden.

Stickstoff- und Sauerstoff-Fabrik - Nebenbetriebe, Bau 12, 247, 337

Betrieb: DI. Lüttge  
Dr. v. Friedolsheim

Reparaturen: DI. Gebhardt-Friedrich

Arbeiten in 1939:

Die Erweiterung der Wassereis-Fabrik um einen dritten Generator wurde ausgeführt, wodurch die Eisproduktion auf 850 Stangen täglich erhöht und die Anforderungen voll gedeckt werden konnten. Gleichzeitig wurde von den 3 vorhandenen Ammoniak-Verdichtern der alten Linde-Anlage ein Verdichter für die Wassereis-Fabrik in Betrieb genommen, während der bisher hierfür verwendete Verdichter kleinerer Leistung der Oxim-Anlage zur Verfügung gestellt wurde.

Eine Versuchs-Betriebsanlage zur Gewinnung von Hydroxylaminsulfat und für die Herstellung von Oxim wurde aufgestellt und ausprobiert. Ihre Leistung beträgt etwa 8 Moto. Anfang 1940 wird die Erweiterung der Anlage für 25 Moto in Betrieb kommen.

Der gesteigerte Verbrauch an Hochdruck-Sauerstoff für Werkstätten und Hoko-säure machte es notwendig, die Verdichter-Kapazität zu vergrößern. Hierzu wurde ein neuer Verdichter für 200 m<sup>3</sup> Stundenleistung aufgestellt.

Zur Gewinnung flüssiger Kohlensäure wurde eine kleine Anlage aus vorhandenen Apparaten und Maschinen errichtet und in Betrieb genommen. Die flüssige Kohlensäure wird zu Löschzwecken an die Feuerwehr abgegeben.

Für die Amyl-Alkohol-Hydrierung wurden im Bau 12 zwei Umlaufpumpen aufgestellt.

Zur Entlastung des 3000 Volt-Netzes wurden 2 Hochspannungs-Motoren auf 6000 Volt umgewickelt.

Die Ammoniak-Verflüssigungs-Anlage wurde stillgesetzt, da die Belieferung der Ammoniak-Abfüllerei mit reinem, flüssigem Ammoniak von der Ammoniak-Fabrik direkt erfolgt. Die 2 vorhandenen Ammoniak-Verdichter wurden für die Luran-Fabrikation in Bau 245 verwendet.

Arbeiten für 1940:

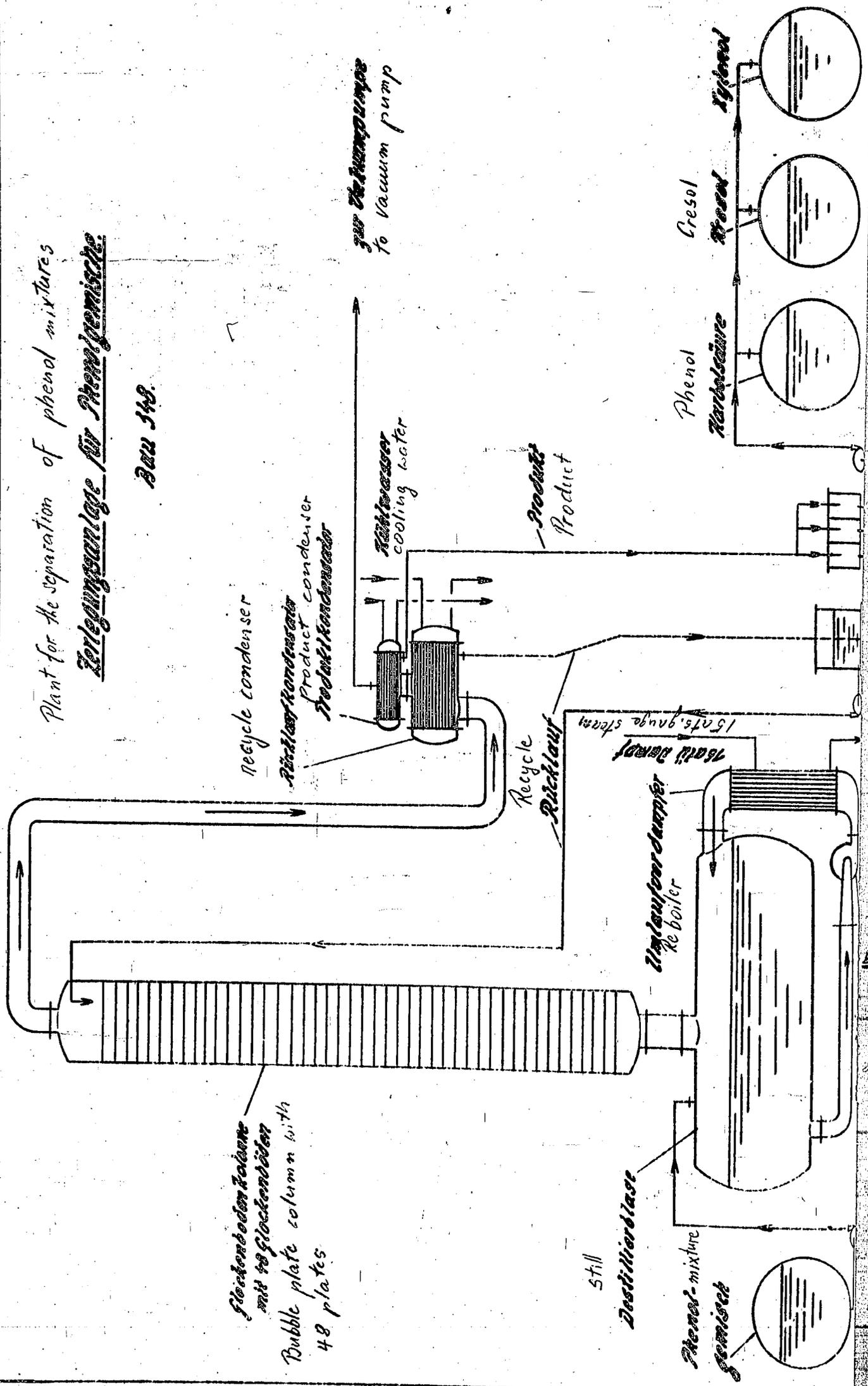
Durch Ausbau der Hoko-Anlage auf 2500 Moto ist die Anschaffung zweier Hochdruck-Sauerstoff-Verdichter mit einer Leistung von je 280 m<sup>3</sup>/h erforderlich.

Eine Abgabe der alten Linde-Anlage (an Waldenburg) bedingt die Aufstellung von 2 neuen Ammoniak-Verdichtern für die Wassereis- und Oxim-Gewinnung.

Plant for the separation of phenol mixtures

Zerlegungsanlage für Phenolgemische

Bau 348.



Siedenboden Kolonne  
mit 48 Flockenböden  
Bubble plate column with  
48 plates

still

Destillierblase

Phenol-gemisch

Umlaufrohrdampfer  
Re boiler

1600 Watt

15 at. gauge steam

Recycle  
Rücklauf

Kühlwasser  
cooling water

Recycle condenser

Rücklauf-Kondensator  
Product condenser

Zur Vakuumpumpe  
to vacuum pump

Produkt  
Product

Phenol

Kresol

Xylol

Arbei  
3,  
0,  
lu  
ru  
Au  
la  
li  
fü  
st

Phenol-Betriebe

Betrieb: DI. Schindler  
Dr. Havemann

Reparaturen: DI. Lang

Arbeiten in 1939:

A) Entphenolung:

Zur Verarbeitung des verstärkten Phenolwasseranfalls in der Hydrierung mußten die Reservepumpen für phenolbeladenes und regeneriertes Triphos mit in Betrieb genommen werden. Um die nötige Reserve zu behalten, sind gebrauchte Pumpen mit Einzelantrieb aufgestellt worden.

Zur Prüfung des biologischen Abbauverfahrens für die Entfernung der Restphenole aus dem mit Triphos extrahierten Phenolabwasser ist in der Nähe des Neustädter Beckens ein Tropfkörper (Emscherfilter) mit einer nutzbaren Koks-Füllung von 300 m<sup>3</sup> angefahren worden, in der die Phenole durch Bakterien unter Zusatz von Phosphaten abgebaut werden. Die Phenol-Abbauleistung des Tropfkörpers wurde zu ca. 100 g/m<sup>3</sup> Inhalt und 24 Stunden ermittelt.

B) Phenolauferarbeitung:

Das vierte Destillationssystem mit 2 neuen Vorratsbehältern aus Aluminium wurde aufgestellt und in Betrieb genommen. Es können jetzt etwa 1 000 Moto raffinierete Phenolöle hergestellt werden.

Das aus R-Phenolöl erhaltene RD-Phenolöl hatte bisher einen Wassergehalt bis zu 1 %, der für bestimmte Verarbeitungszwecke zu hoch ist. Durch Abnahme eines größeren Vorlaufes und Rückführung eines Teiles dieses Vorlaufes zum nächsten Destillations-Ansatz gelang es, den Wassergehalt bis auf 0,1 - 0,3 % herabzusetzen.

Das R-Phenolöl, welches bisher in einem Flachbodenbehälter gestapelt worden war, mußte wegen starker Korrosionen an diesem Behälter in einen Intzebehälter umgepumpt und dort gelagert werden.

C) Phenolölzerlegung:

Die Phenolölzerlegungsanlage (Bau 348) wurde fertiggestellt und in Betrieb genommen. Die Zerlegungskapazität der diskontinuierlich betriebenen Anlage wurde zu 600 Moto SR-Phenolöl oder 500 Moto RD-Phenolöl ermittelt.

Da mehrere Phenolöle abwechselnd zerlegt und ihre Zerlegungsprodukte für sich gestapelt werden müssen, reichten die vorgesehenen Vorratsbehälter nicht aus. Es wurden daher noch 3 gebrauchte Behälter von je 60 m<sup>3</sup> Inhalt aufgestellt und durch Einziehen von Zwischenböden geteilt. Weiterhin ist auch der wieder ausgebesserte Flachbodenbehälter für die Stapelung von Zerlegungsprodukten verwendet worden.

Arbeiten für 1940:

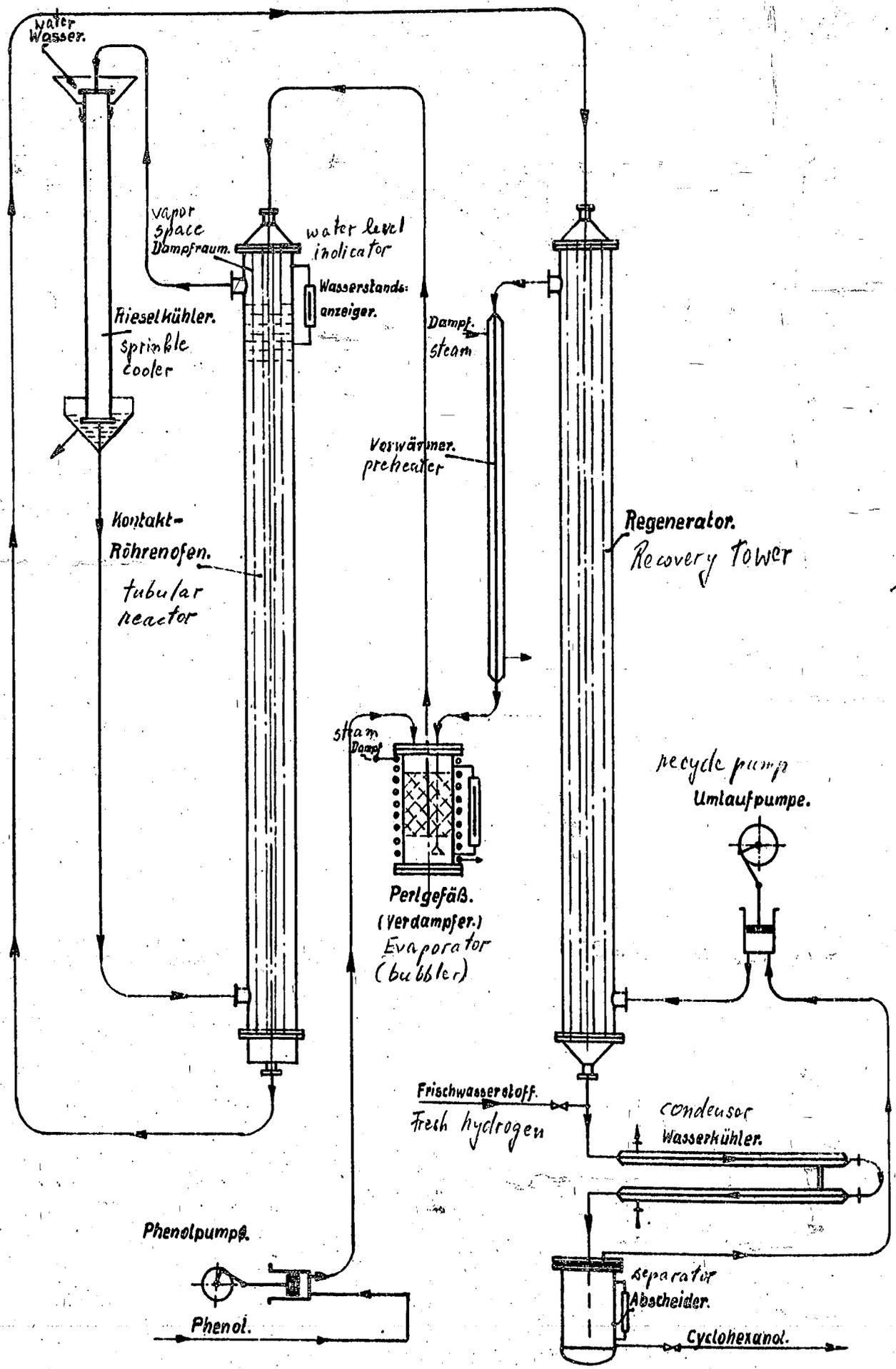
In den vergangenen Jahren ist der Phenolgehalt im Hydrierungsabwasser von 3,0 g Phenole/Ltr. auf ca. 4,5 g/Ltr. angestiegen. Um trotzdem das Wasser auf 0,5 g Phenole/Ltr. entphenolen zu können, wird in der Entphenolung mit der Aufstellung eines dritten Absitzbehälters eine weitere Extraktionsstufe eingerichtet.

Zur Verarbeitung des zu erwartenden höheren Phenolwasseranfalls in der Hydrierung wird ein viertes Triphos-Regenerationssystem aufgestellt.

Das wichtigste Problem der Entphenolung mittels Trikresylphosphats ist die Aufarbeitung des verschmutzten Kreislauf-Triphos. In Laboratoriumsversuchen gelang es, die Reinigung durch Extraktion mit Leichtbenzin in wäßriger methyalkoholischer Lösung nahezu quantitativ durchzuführen. Eine Betriebs-Versuchsapparatur für dieses Verfahren wurde aufgestellt.

Zur Prüfung des Leverkusener Esterverfahrens ist eine Versuchsapparatur aufgestellt worden, die gemeinsam mit Leverkusen ausprobiert werden soll.

Ammonia plant  
 Ammoniakfabrik.  
 Cyclohexanol manufacture  
 Cyclohexanolfabrikation.



Arbei  
 wu  
 un  
 ke  
 Um  
 Zu  
 na  
 ne  
 du  
 Wa  
 Be  
 der  
 eb  
 st  
 Arbei  
 Der  
 Die  
 O, C  
 Zwe  
 Hex  
 und  
 dri  
 wen  
 Bau

## Cyclohexanolbetrieb

Betrieb: Dr. Reuscher  
Dr. Käding

Reparaturen: DI. Haeseler

### Arbeiten in 1939:

Zur Herstellung von Cyclohexanol durch katalytische Kernhydrierung von Phenol wurde eine Anlage im Apparategerüst von Bau 11 errichtet. Die Hydrierung erfolgt unter einem Druck von 20 Atm. bei einer Temperatur von  $140^{\circ}$  -  $150^{\circ}$  über einem Nickel-Aluminiumoxyd-Kontakt. Die Anlage besteht aus 4 Ofensystemen mit gemeinsamer Umlaufpumpe. Das Einzelssystem besteht aus Ofen, Regenerator (Frischwasserstoff-Zuführung), Kühler und Abscheideflasche.

Die Wärmeabführung in den Öfen erfolgt durch Wasser, das um die Kontaktrohre nach Art der Thermosyphonkühlung bzw. im Ringraumofen um den ringförmig angeordneten Kontakt zirkuliert. Die Einhaltung der Reaktionstemperatur ( $140-150^{\circ}$ ) wird durch Regulierung des Druckes des umlaufenden Kühlwassers bewirkt.

Das Phenol wird in ein Verdampfergefäß eingeführt, in welchem es durch heißen Wasserstoff teilweise vergast wird, so daß die höhersiedenden kontaktschädigenden Bestandteile des Phenolöls im Sumpf des Verdampfers zurückbleiben und von dort mit dem kleinen Teil des Restphenols entfernt werden.

Für den Wasserstoffumlauf wird ein Kompressor in Bau 12 benützt.

Zur Zeit sind 3 Röhrenöfen von 300 mm l.W. und ein sogenannter Ringraumofen ebenfalls von 300 mm l.W. vorhanden. Die Ofenlänge bei allen Öfen beträgt 8 m.

Die Kapazität der Anlage beträgt etwa 100 Moto.

Die Produktion begann im Februar 1939, betrug im Mittel 60 - 70 Moto und stieg bis zum Ende des Jahres auf 85 - 90 Moto Reihexanol.

### Arbeiten für 1940:

Die Kapazität der Cyclohexanolfabrikation wird vorläufig auf 500 Moto erhöht.

Von den dazu erforderlichen Öfen von 800 mm  $\varnothing$  befinden sich 2 bereits im Bau. Der erste dieser Öfen soll Anfang 1940 betriebsfertig sein, der zweite im März 1940. Die weiteren Einheiten sollen Mitte des Jahres in Betrieb kommen.

Um das für die Adipinsäureherstellung notwendige Reihexanol mit weniger als 0,05 % Phenol herzustellen, muß das Ofenprodukt destilliert werden. Zu diesem Zweck wird an der Südwestecke von Bau 11 eine Destillationsanlage für 300 Moto Hexanol errichtet, die Anfang Januar 1940 in Betrieb kommt.

Zur Vorreinigung von rohem S-Öl ist an Stelle der Schwefelsäure-Raffination und zur Vermeidung von Verlusten eine Vorhydrierung dieses Öls geplant. Die Hydrierung muß bei  $450^{\circ}$  unter einem Druck von 100 Atm. erfolgen. Die hierfür notwendige Anlage mit einer Leistung von 100 Moto S - Öl wird auf der Nordseite von Bau 107 errichtet. Sie soll Mitte März 1940 in Betrieb kommen.



## Luran-Fabrikation

Betrieb: Dr. v. Friedolsheim

Reparaturen: DI. Gebhardt-Friedrich  
DI. Lüttge

### Arbeiten in 1939:

Für die Herstellung der neuen Kunstfaser Perluran in Wolfen wird als Vorprodukt Cyclohexanonoxim bzw. Aminocaprinsäure-Laktam (Luran-N) benötigt, dessen Herstellung in Leuna durchgeführt werden soll. Für die einzelnen Fabrikationsstufen wurden neue Herstellungsverfahren im Laboratorium ausgearbeitet und in technischen Versuchsanlagen erprobt.

#### 1) Cyclohexanonoxim:

Das Oxim wird aus Hydroxylaminsulfat und Cyclohexanon hergestellt. Die Hydroxylaminsulfat-Gewinnung erfolgte zunächst unter Verwendung von Natriumnitrit, schwefliger Säure und Natronlauge. Aus wirtschaftlichen Gründen wurde versucht, die Natriumsalze durch Kalksalze zu ersetzen, für die eine billige Rohstoffquelle in der Kalziumnitrit-Lauge der Salpetersäurefabrik zur Verfügung steht. Eine kleine Versuchsanlage für 30 - 50 kg/Tag war kurze Zeit in Betrieb.

Die Fabrikation von Hydroxylaminsulfat konnte wesentlich verbessert und verbilligt werden durch Verwendung der Ammonsalze an Stelle der entsprechenden Kalksalze. Aus der Kalziumnitritlauge wird durch Umsatz mit Ammonsulfat Ammonnitrit neben Gips gebildet, der abfiltriert wird. Aus dem Ammonnitrit entsteht mit schwefliger Säure und Ammoniak Hydroxylaminsulfat und Ammonsulfat. Letzteres wirkt bei der anschließenden Zugabe von Cyclohexanon besonders günstig, da es auf das gebildete Oxim aussalzend wirkt.

Zur Zeit ist eine Versuchsanlage für 8 - 10 Moto Oxim in Betrieb; die Erweiterung der Anlage auf 25 - 30 Moto wird Anfang 1940 in Betrieb genommen.

#### 2) Aminocaprinsäure-Laktam (Luran N):

Das Oxim wird mit Schwefelsäure verestert und nach "Beckmann" zum Laktamester der Aminocaprinsäure umgelagert. Um die dabei auftretende starke Reaktionswärme, die leicht zu einer Verkohlung des Produktes führen kann, abzuführen, wird der flüssige Ester durch einen Verteiler auf ein geheiztes Ferrosiliziumrohr geleitet, auf dem er sich als feiner Film ausbreitet und ohne jede Verkohlung glatt umlagert.

Der Ester wird mit Ammoniak verseift. Das dabei gebildete Laktam enthält noch Verunreinigungen, von denen es durch Extraktion mit Methylenchlorid befreit wird. Es wurde eine kontinuierliche Extraktionsapparatur, die sich im Laboratorium und Betrieb gut bewährt hat, entwickelt.

Die Reinigung des Produkts erfolgt durch doppelte Destillation im Vakuum. Es wird zunächst in Gegenwart von etwa 2 % Natronlauge und danach ein zweites Mal mit etwa 2 % Phosphorsäure destilliert. Die erhaltenen Produkte sind rein weiß und bleiben auch bei der Polymerisation lichtbeständig.

In einer größeren Versuchsanlage in Bau 245 werden z.Zt. ca. 10 Moto Luran hergestellt.

Hochdruck-VersuchslaboratoriumBetrieb: Dr. GroßReparaturen: Dr. RabesArbeiten in 1939:

Die Versuche mit der Apparatur für 2 000 Atm konnten wegen Material- und Schlossermangels nur mit großen Unterbrechungen weitergeführt werden. Daher konnten auch die Schwierigkeiten am Kompressor (Druckerhaltung des Abdichtöles, Verschmutzen der Ventile) noch nicht behoben werden. An Stelle eines durch einen kleinen vom Ventilsitz ausgehenden Riß undicht gewordenen Zylinders der 2. Stufe (700 - 2 000 atü) wurde ein neuer in der Hauptwerkstatt angefertigt und eingebaut.

Die Versuche über Wirkung und Beseitigung von Kontaktgiften in den Ammoniak-synthesegasen wurden laboratoriumsmäßig fortgesetzt. Die Untersuchungen in den Betrieben wurden vorläufig abgeschlossen, bis die geplanten betrieblichen Maßnahmen zur Verbesserung der Gasreinheit durchgeführt sind.

Die Hauptarbeiten des Versuchslaboratoriums betrafen Untersuchungen über die Herstellung von Cyclohexanol und seinen Homologen durch Kernhydrierung von Phenolen. Diese Versuche wurden wie bei der betrieblichen Gewinnung des Cyclohexanols unter einem Druck von 20 atü ausgeführt. - In 10 kleinen Versuchsofen mit je 100 ccm Kontaktraum wurden etwa 80 Kontakte in Bezug auf ihre Umsätze und ihre Lebensdauer untersucht. Hierbei wurde reine Karbolsäure und als wasserstoffhaltiges Gas Spaltgas aus flüssigem Ammoniak verwendet, um Kontaktgifte auszuschließen. Von allen untersuchten Kontakten hat sich der im Großbetrieb verwendete Nickel-Aluminiumoxyd-Kontakt am besten bewährt, der durch Reduktion der Hydroxyde von Ni und Al, die aus Nitratlösung gemeinsam gefällt wurden, hergestellt wird.

In 8 weiteren gleichen Versuchsofen wurden bei gleichem Kontakt Phenolöle verschiedener Herkunft auf ihre Eignung zur Kernhydrierung untersucht. Hierbei wurde gefunden, daß bei Beladung des Hydrierwasserstoffs mit Phenoldämpfen in einem Verdunster und nicht restloser Verdampfung der Flüssigkeit im Sumpf des Verdampfers eine beträchtliche Menge der Kontaktgifte zurückgehalten wird. Auf diese Weise lassen sich rohe Phenolöle ohne Aufbereitung oder sonstige Vorbehandlung hydrieren, ohne daß der Kontakt vorzeitig vergiftet wird. Es braucht dann nur der im Sumpf zurückbleibende Teil dem üblichen Reinigungsverfahren der Refinement mit Säure oder Lauge oder dem Verfahren der schonenden Hydrierung unterworfen zu werden.

Dieses Verfahren wurde zunächst mit gutem Erfolg für M-Kresol ausgearbeitet. Die Versuche wurden mit einem Ofen mit 3 Ltr. Kontaktraum und mit Cyclohexanol-Betriebskreislaufgas durchgeführt. Weitere Versuche betreffen die Hydrierung bei Atmosphärendruck und die Verwendung von Rückgasen der Ammoniakfabrik.

Arbeiten für 1940:

Die Versuchsarbeiten über die Herstellung von Cyclohexanol bzw. der methylierten Cyclohexanole aus Phenolölen werden fortgesetzt; insbesondere wird die Eignung des Verfahrens der teilweisen Verdampfung an Öfen mit 3 Ltr. Kontaktraum ausprobiert.