

Aldol - Hydrierwerk

I. Produktweg vor dem Hydrierofen

Das Reinaldol wird in Aluminiumleitung der Hydrierung vom Tanklager mit einer pH = 5.7, einer Temperatur von 30°C und einem Druck von ca. 4.0 atü zugefahren. Das Reinaldol wird nach der Destillation nur auf ca. 5 abgekühlt und hält auch im Tank seine Temperatur sehr gut. Mit einer Temperatur von 30°C ist Reinaldol gut zu fördern. Ein gewisser Druck ist unbedingt erforderlich, da die Einspritzpumpen E.P. bei einem Druck unter 2.0 - 2.5 atü nicht mehr richtig arbeiten. Das zugeführte Aldol wird im Maschinenhaus mittels Ovalradzähler gemessen. In einem Gang 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 Aldolleitung 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.B. einen Ovalradmesser mit Probenzieher, sodaß sich in absehbarer Zeit der Einsatz der Bosch-Pumpe erübrigen würde. Parallel zur Aldoleinführungsleitung liegt eine Reserve-aldol-Leitung, in welche auch Butol eingefahren werden kann. Diese Butoleinführung ist deshalb vorgesehen, weil das Fahren der Ofen mit Butol dann notwendig ist, wenn aus irgend welchen Gründen kein Aldol zur Verfügung steht, oder wenn die Produktion vorübergehend zurückgefahren wird. Wenn 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. Um 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 stückweise 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 ca. 6 - 8 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 Kolbensmierung 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 2 E.P. und 3 Reserve-Pumpen.

Von der Druckseite der E.P. fließt das Aldol über eine Siebkerze aus (2A-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 Korb, 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 geschlossen. 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 Konstanzhaltung 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, so daß die Flüssigkeitstauchung als barometrisches Fällrohr 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-Vorwärmer 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.

Da die einzelnen Hydrieröfen in den normalen H_2 -Kreislauf parallel eingeschaltet sind, ist diese Messung des Durchgangswiderstandes für Gas deshalb besonders wichtig, weil auch eine gleichmäßig starke parallele Gasbeaufschlagung der Öfen sichergestellt werden muß. Es kann bei schlecht filtriertem Reinaldol vorkommen, daß ein Ofen schon vor der Kontakterschöpfung sich verstopft. Deswegen muß auf sorgfältige Entfernung des Phosphatsalzes aus dem Reinaldol vor der Hydrierung geachtet werden. Übrigens wirkt die Phosphatsalzmischung auch bei den Ofentemperaturen schon als Kontakt für Wasserabspaltung aus Aldol, wodurch die Crotonaldehydbildung und damit die lästigen Nebenreaktionen vergrößert werden. Schließlich müssen weitgehend Gastöße und Pulsation des Kreislaufgases für den Ofen vermieden werden, weil die Abriebfestigkeit des Kupferkontaktes nicht sehr hoch ist und durch Kontaktstaub auch eine vorzeitige Ofenverstopfung verursacht wird. Beim Füllen eines frischen Ofens wird durch eine besondere Füllvorrichtung (Füllschlauch) ein hoher freier Fall und damit hoher mechanischer Abrieb weitgehend vermieden.

Die Zusammensetzung von Kreislaufgas und (dem im Entspannungsgefäß für Rohbutylenglykol freiwerdenden) Entspannungsgas ist in Schkopau durchschnittlich diese:

	Kreislaufgas:	Entspannungsgas:
Wasserstoff	ca. 85%	70 - 75%
Methan	4 - 5%	ca. 15%
Stickstoff	8 - 10%	5 - 8%
Kohlendioxid	1 - 2%	3 - 4%

Es müssen rund 20% Kreislaufgas ständig entspannt werden, um die weitere Anreicherung der Inerten zu vermeiden.

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 Vorheizen 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 überschüssige Wärme 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 50-50% 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 b.ä. ~~im~~ 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,unker anzulegen, welche die Lagerung eines Jahresbedarfes an Kontakt ermöglichen. Der Kontaktverbrauch beträgt ca. 1 kg/t Butol. Die einzelnen unker sollen ca. 10 cbm fassen. Der gelieferte Kontakt hat etwa folgende Größenverteilung (nach gesch

4 - 3 mm	1/3
3 - 2 mm	1/3
2 - 1 mm	1/3
1 - 0.75 mm	1/3
kleiner als 0.75 mm	1/3

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 ausrückt). 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 Köhnen des schon erwähnten Wärmeaustauers Regenerator, wo es auf ca. 10° abgekühlt wird. Die weitere Abkühlung auf ca. 5° 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 (Datorne) über Siemens-Frommelzähler mit Probeschöpfern zur Bestimmung des Tankdurchschnittes in einen zweiter 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-Abfuhrleitung ermöglicht. Das pH des Rohbutols ist 4,3. Die Verschiebung des pH von 7,7 auf 4,3 bei der Hydrierung wird einmal/erklärt, daß bei der Hydrierung durch Spaltung organische Säuren auftreten hier das Kainaldol 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 einem Hochdruck-Zylinder eingesetzten Röhrenbündel von 121 Röhren, deren Wandstärke nicht sehr groß ist, da sie lediglich für einen Differenzdruck von 15 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.

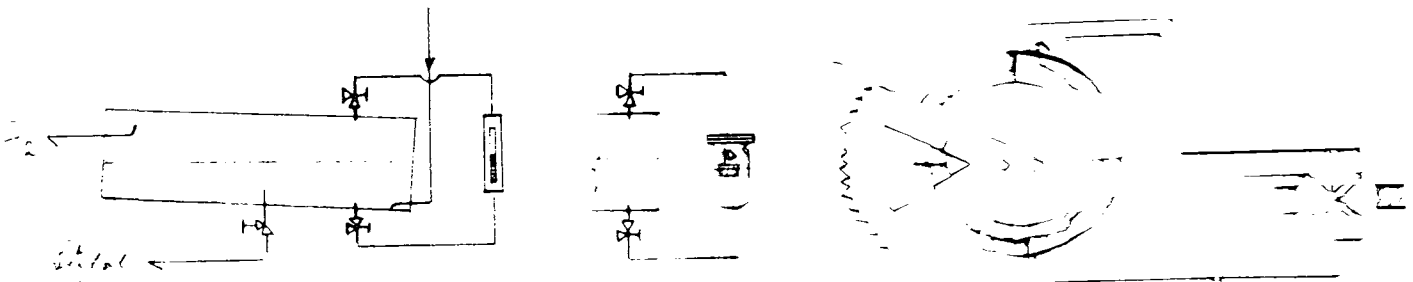
Produkt- und Gaskühler:

Der Kühler besteht aus 32 alten, je 14 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 3 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 2 Abteilungen aufgeteilt, gerührt 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 Saubereite der Aldehydierung.

Produktabstreifer:

Der Produktabstreifer ist eine liegende, gegen die Waagerechte um 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. In diesem Zweck ist in jedem Produktabstreifer eine Hochdruckflüssigkeitsstandanzeige von besonderer Konstruktion angebracht. Diese Standanzeige hat verschiedene Ausführungen. Allen gemeinsam ist, daß der Abstreifer auf der Oberseite im Gasraum und auf der Unterseite im Flüssigkeitsraum je eine Anzapfleitung mit Regelventilen 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 Pfeilerwaage 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 welchem das Rohbutol von oben zurfließt. Hier erfolgt die unregelmäßige Entgasung. Zur Entfernung der Restgase sind oben auf dem Tank zwei Gasabgänge angebracht (dicke und dünne Leitung), welche in einen Tauchtopf mit Butolwasser geführt sind. Die Entlüftungen der Tauchöpfe sind in einer 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. Der Lauf- und Entleerungsleitung münden in einem Schaulas (rotbraun). Von hier nimmt das Produkt den beschriebenen weiteren Weg zur Destillation.

IV. Wasserstoff-Kreislauf

Die Aldolhydrierung wird mit Wasserstoff von 200 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 wechseinem 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 200 atü genau eingehalten und nach Maßgabe der Ofenbelastung gesteuert werden muss, dient 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

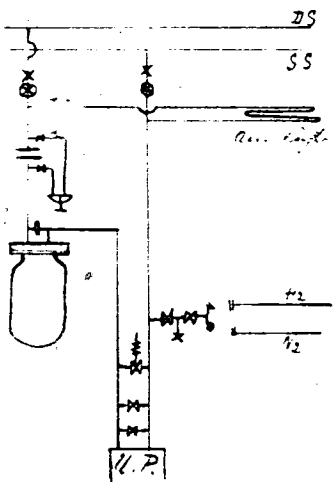
Die Wasserstoffzufuhr zu sämtlichen Öfen erfolgt aus einer Verteilerleitung (Kammerstrang Druckseite). Der sämtliche Öfen verlassende Wasserstoff wird in einer Verteilerleitung gesammelt (Kammerstrang Saugseite).

Diese Schaltung hat den Vorzug, daß eine oder mehrere Umwälzpumpen nacheinander auf einen oder mehrere Öfen arbeiten können, ohne das 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 verrückt über 3 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. In 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 der Entlüftungsleitung ist zur Messung des entspannten Gases eine Messgrosse 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 stückweise 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 noch 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 Auffüllleitungen für Wasserstoff und Stickstoff verlegt. Sie sind mit Zwangskrümmern an die Saugseite angeschlossen. D.H. die Krümmern 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 4 Stränge mit einem halben Maschinenstrang und 3 U.P. bzw. 4 Stränge 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 45° gegen die Waagerechte geneigtes Hochdruckgefäß, in welchem vor allem die Flüssigkeit 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 Doppellichte-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 Doppellichte-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.

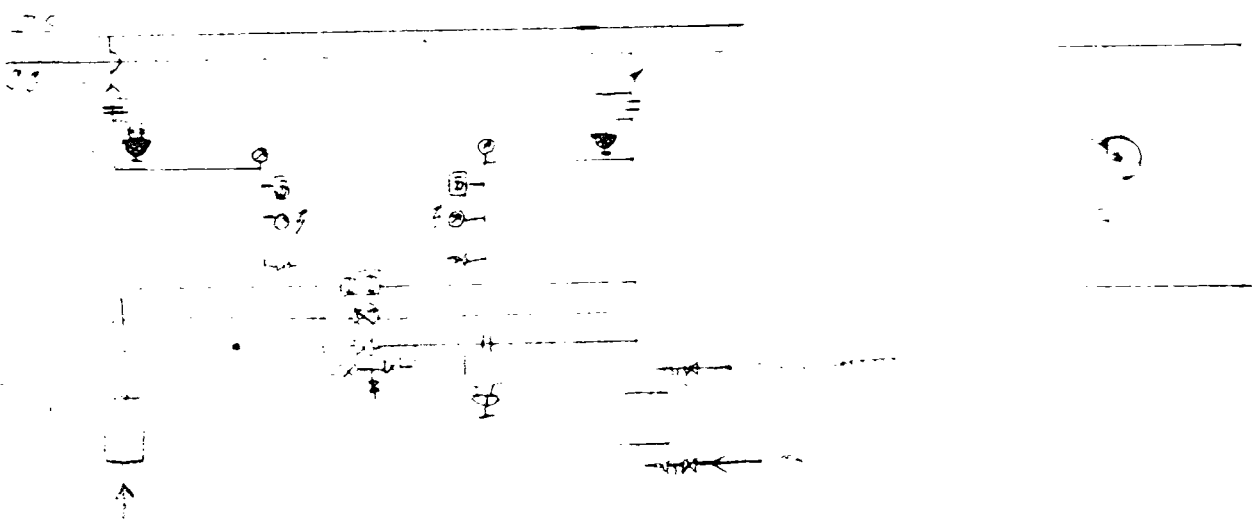
Die Fremdgasentspannungsleitung ist vom Abzweigungs- π -Stück über ein von Hand bedientes Absperrventil von der Kohrbrücke zur Maschinenhausrückwand vorgezogen. Hier sind die vom Maschinenhaus zu bedienenden Entspannungsventile eingebaut. Das wird nach dem Doppellichte-Schreiber kontinuierlich entspannt,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

Vom Flüssigkeitsabscheider führt der Zwischenstrang auf der Kohrbrücke zurück und mündet hier in den Maschinenstrang auf der Seite. Kurz vor dieser Einführung ist ein weiteres π -Stück eingebaut, in welches die Reinwasserstoff-Zufuhr einmündet. 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 Waage gemessen.

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

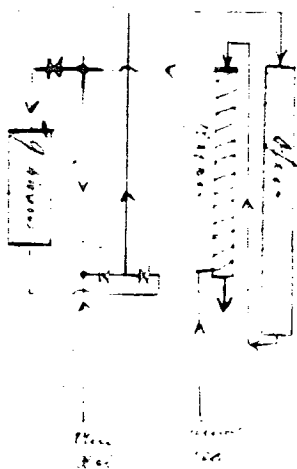
- a) Manometer
- b) Registriermanometer
- c) Alarmmanometer
- d) Reserveanschluss

Abgesehen von dem Umgang ist Saug- und Druckseite durch Meßleitungen verbunden. In der 1. Überbrückungsleitung liegt ein Doppellichte-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 Ofen 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 (zentrale Regulierung). Die Rückentspannungsleitung ist deshalb an der Rückwand des Maschinenhauses vorbeigeführt. Hier sind ein Grob- und ein Feinregulierungsventil eingebaut. Die Druckdifferenz von 4 atü ergibt sich aus dem höchsten Differenzdruck eines Ofens, welcher noch zugelassen wird. Die normale Druckdifferenz eines Ofens ist etwa 1 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 an einen Hochdruckfilter und hierauf an die Rückwand des Ofenbedienungsraumes. 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 Ofenbedienungsraum gesteuert werden. Eine Einzelmessung vor und nach dem Regenerator verfahrenen Kreisgasmengen erfolgt nicht. Es wird lediglich die in den Öfen gefahrene Gesamtgasmenge gemessen. Die Ventile um und durch den 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 1. n-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 einem verkupferten Leitung ausgeführt. Nach dem Gas-Vorwärmer bzw. Regenerator vereinigen sich die beiden Kreisgas-Leitungen wieder zu einer Leitung, welche zum Ofen führt. Vor dem Ofen ist der Druck- und Saugstrang durch einen Umgang verbunden mit einem Bedienungsventil, welches zum Ofenbedienungsraum 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 15er 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 J.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 umgewalzte Stickstoff wird nunmehr in Gasvorwärmern auf ca. 350° 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. $450 \text{ cbm Wasserstoff} = 1.5 \times 1.2 = 1.3 \text{ cbm Wasserstoff bei } 300 \text{ atü}$. Der Inhalt der Dosierflasche ist 1.3 cbm. Da diese nur bis 100 atü entspannt werden kann, stehen nur $\frac{1.3 \times 2}{3}$ des Inhaltes zur Verfügung. 1.3 cbm erforderlicher Wasserstoff ergeben also $\frac{1.3 \times 2}{3} = 2.2$ 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-Wasserstoff-Leitung zwei Absperrventile mit Zwischenentspannung eingebaut.

VI. Ausfahren einer Kammer

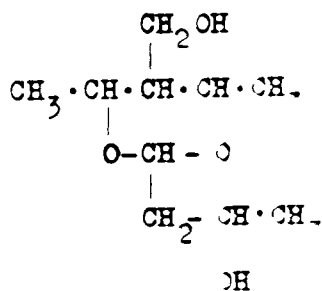
Zum Ausfahren einer Kammer wird zunächst die Aldol-Zufuhr zur S.P. auf Wasser umgestellt und mit der E.P. Wasser in den Kreislauf eingespritzt. Der Wasseranschluß an die Pumpe erfolgt durch einen einfachen Metallschlauch. Da beim Einspritzen von Wasser keine Reaktionswärme im Ofen mehr auftritt, wird der Gasvorwärmer eingeschaltet. Es werden bei 70° 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 im Ofenbedienungshaus 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 Kassette gesetzt, welche mit einem Stützen mit Klappe zum Aufsetzen auf ein Faß versehen ist. Durch Absenken der Filterkerze wird der Kontakt zum Ausfließen 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 Röhrchen 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 Röhrchen 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. 65°. 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 zugeführte 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. 350 - 400 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 250°C hydriert werden. Der Hochdruckdampf wird im Vorwärmer bis 40 atü ausgedehnt, 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 hier 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 S.P.) 1 Fahrer für die 1-6 Pumpen
- 2 Pumpenfahrer für I.P.)
- 1 Mann für Zentralregulierung
- 6 Ofenfahrer 1 Fahrer der Ofen)
- 1 Probenzieher
- 1 Ofenwärter
- 1 Druckhalter

Aldol - Hydrierung Hülse

A. Leistung der Anlage

Das eingefahrene Aldol hat etwa folgende Zusammensetzung:

74 %	Aldol
5 %	Acetaldehyd
1 %	Croton
2 %	Rückstand
18 %	Wasser
<hr/>	
100 %	

spez. Gew. = 1.1

Die Leistung einer Kammer beträgt in Hülse z.Zt. 4.1 - 4.2 cbm/h Aldol t.q. = 3.38 t/h Aldol 100%ig = 13 500 Jato B.S. Diese Leistung ist begrenzt durch die Leistung der E.P. In Hülse hat sich herausgestellt, daß der Ofen bei Zufuhr von normalem Aldol eine noch größere Leistung aufzunehmen vermag. Hülse steht E.P. mit einer Leistung von 5.4 cbm/h zur Verfügung. Auch diese Leistung wurde vom Ofen ohne Schwierigkeiten aufgenommen, d.h., daß der Ofen mit 5.4 cbm/h Aldol t.q. = 4.38 t/h Aldol 100%ig = 17 500 Jato B.S. belastet werden kann. Für eine Produktion von 30 000 Jato B.S. sind deshalb 2 Kammern und 1 Reservekammer voll ausreichend. In Hülse reichen allerdings die Leitungsquerschnitte für diese Leistung nicht mehr ganz aus und müssen vergrößert werden.

Hülse ist auch deshalb nicht in der Lage, die Vollast von 4.2 cbm/h Aldol t.q. beständig auszufahren, weil das zur Verfügung stehende Aldol nicht voll den Anforderungen entspricht. Das ist im wesentlichen darauf zurückzuführen, daß die Acetylen-Reinigung von der Öl-Wäsche auf Druckwasser-Wäsche umgestellt worden ist. Das hat zur Folge, daß höhere Polymere des Acetylens in den Acetaldehyd und damit ins Aldol gelangen. Die Hydrierung hat diese Umstellung von der Öl- auf die Druckwasser-Wäsche im Hydrierverlauf sehr unangenehm empfunden, denn seit dieser Zeit bereitet die Hydrierung des Aldols Schwierigkeiten.

Um die Ofenbelastung weitgehend regeln zu können, wird Hülse für den neuen Ausbau E.P. wählen, welche im Motor regelbar sind.

Die U.P. in Hülse sind auf 2 Stufen schaltbar. Die Nennleistung der Pumpen wird in beiden Stufen weit überschritten. Bei niedriger Tourenzahl ist die tatsächliche Leistung 55 000 cbm/h (Nennleistung 41 000 cbm/h), bei höherer Tourenzahl 74 000 cbm/h (Nennleistung 55 000 cbm/h). Jede Kammer wird mit ca. 15 000 cbm/h Wasserstoff beaufschlagt. Mit einer U.P. können also 4 Kammern gerahren werden. Für Az werden bei 4 Kammern für die Aldol-Hydrierung auch 4 U.P. ausreichen, von welchen 1 Pumpe im Wasserstoff-Kreislauf fährt, während die 2. in Bereitschaft steht. Die 3. Pumpe ist auf den Stickstoff-Kreislauf geschaltet und die 4. Pumpe gilt als Reserve. Für die Butanol-Hydrierung wird eine 5. Pumpe benötigt. Die hierfür erforderliche U.P. für den Reduktions-Kreislauf wird von der Aldol-Hydrierung gestellt.

Der Ofeninhalt sowie das Kontaktvolumen ist ca. 3 cbm. Die Raum-Zeit-Ausbeute ist mindestens das 12-fache Kontaktvolumen an Aldol-Durchsatz pro Tag. Die größte Lebensdauer eines Hülser Ofens war 150 Tage, der Durchsatz betrug also das 1800-fache Kontaktvolumen an Rohaldol. Die normale Lebensdauer des Kontaktes ist

cm³ Natriumsulfat n/2 + 0,0025 (Anhydrit) in 100 gr
Eisnagel z 20

in 100 gr Reinaldol = a

a = 44,03 = gr Acetaldehyd in 100 gr Reinaldol = a

Cretonbestimmung

1 gr Reinaldol wird mit 10 cm³ Wasser verdünnt. Nach
Einkühlung werden 1,5 cm³ Schmelze konz. H₂SO₄ hinzuge-
fügt und darauf soviel Bromlauge, bis die Flüssigkeit
deutlich gelb ist. Nach 3 Minuten geben in die Lösung
mit Natriumsulfat n/10 verdünntes, unter
Zusatz von 2,5 cm³ 5%iger Stärkelösung
Stärkelösung.

cm³ Bromlauge n/10 verbraucht.

cm³ Bromlauge verbraucht = Mol Cretonaldehyd in 100 gr
Eisnagel z 200

e = 70,00 = gr Cretonaldehyd in 100 gr Reinaldol = e

Bestimmung von Rückstand und Aldol 100%

g - a - e = f Mol Aldol + Mol Rückstand in 100 gr Reinaldol

100 - F - A - C = F gr Aldol + Rückstand

Unter der Annahme, daß der Rückstand ein Diäldol von
Molekulargewicht 176,13 ist, ergibt sich folgende
Rechnung:

$$x = \text{gr R in 100 gr Al} + R$$

$$\frac{x}{176,13} = \text{Mole R in 100 gr Al} + R$$

$$100 - x = \text{gr Al in 100 gr Al} + R$$

$$\frac{100 - x}{88,065} = \text{Mol Al in 100 gr Al} + R$$

$$\frac{100 - x}{88,065} + \frac{x}{176,13} = \text{Mole Al} + \text{Mole R in 100 gr Al} + R$$

$$F = \text{gr Al} + R \text{ in 100 gr Reinaldol}$$

$$f = \text{Mole Al} + \text{Mole R in 100 gr Reinaldol}$$

$$\frac{100 - f}{y} = \text{Mole Al} + \text{Mole R in 100 gr Al} + R$$

fast und auf $0,1 \text{ cm}^3$ geteilt ist, mit 125 cm^3 Wasser destilliert, bis alles Wasser übergegangen ist.

1 cm^3 des übergegangenen Wassers wird in 25 cm^3 Hydroxylaminlösung und 25 cm^3 Wasser einpipettiert und nach 20 Min. Stehen mit Natronlauge $n/2$ titriert wie bei der Gesamtaldehydbestimmung.

Verbrauch an cm^3 Natronlauge $\cdot \text{cm}^3$ Wasser genommen $\cdot 0,001$
= g Aldehyd im Wasser.

Dieser Wert ist von Gesamtwasser abzuziehen.

$$\frac{\text{cm}^3 \text{ Wasser Aldehydfrei} \cdot 100}{\text{Kilowage}} = \text{g Wasser im Wasser}$$

e) Acetaldehyd:

50 gr Reinaldehyd werden genau eingewogen und nach Ver-

50 cm^3 Wasser und Zusatz von

2 cm Schwefelsäure 10% (100 g auf 1000 cm^3 verdünnt) ca. 1 Stunde in leichtem Sieden gehalten. Der Reaktionsapparat ist dabei unter 20° zu halten. Darauf wird das Kühlwasser des Dephlegmators abgestellt und der Acetaldehyd abgetrieben bis die Übergangstemperatur 25° beträgt. In dem vorgelegten Meßkolben sind 20 cm^3 , in Eichmaßgefäß 10 cm^3 Wasser vorgelegt. Nach gutem Durchmischen wird auf 100 cm^3 aufgefüllt und 10 cm^3 der Lösung in

25 cm^3 Hydroxylaminlösung und

25 cm^3 Wasser

einpipettiert.

Nach 20 Minuten Stehen wird wie bei Gesamtaldehyd mit Natronlauge $n/2$ titriert.

Der übergegangene Crotonaldehyd wird wie folgt bestimmt:

10 cm^3 der Lösung werden mit Bromlauge $n/10$ titriert

wie bei der Crotonbestimmung. $\frac{1}{10}$ des Verbrauches an

Bromlauge werden vom Verbrauch an Natronlauge $n/2$ wieder gerechnet.

Produktabstreifer

Der Flüssigkeitsstand im Produktabstreifer wird in Hülse z.B. ebenso wie in Schkopau mit einem Hochdruckschauglas mit Schwimmer verfolgt. In mehrere Produktabstreifer ist bereits das sog. Weiß'sche Auge eingebaut. Dieses besteht aus einem senkrechten Hochdruckrohr, welches kommunizierend an den Produktabstreifer angeschlossen ist. Auf der Flüssigkeitsoberfläche in diesem Rohr liegt ein Schwimmer mit einer nach oben gerichteten Stange aus Weicheisen. Bei Schwankungen der Flüssigkeitsoberfläche im Produktabstreifer verschiebt sich diese Weicheisenstange in einem magnetischen Feld und ändert dadurch dessen Feldstärke. Diese Änderungen werden auf ein Anzeigegerät übertragen und können auch registriert werden. Das Weiß'sche Auge ist seit Jahren in Leuna in Gebrauch und hat sich hier und auch in Hülse sehr gut bewährt.

Hülse macht darauf aufmerksam, daß die Leitungen zum Standanzeiger nicht zu ~~lang~~ gewählt werden dürfen, sonst könnten besonders im Winter Schwierigkeiten auftreten, welche darauf zurückzuführen sind, daß sich der Flüssigkeitsstand im Anzeigegerät nicht schnell genug einstellt. Bei Abkühlung wird das Butol so zähe, daß es in den dünnen Leitungen nicht mehr richtig fließt. Die in Hülse eingebauten 2er Leitungen sind zu klein.

Entgasungsgefäß

Das Produkt wird in einer Hochdruckleitung zum Entgasungsgefäß gedrückt. Dieses Aluminiumgefäß auf der 10 m - Bühne ist mit einem gewichtsbelasteten Sicherheitsventil versehen. Vom Entgasungsgefäß geht eine weite 220 - und eine engere 80er Leitung zum Blubbertopf. Die weite Leitung taucht tiefer als die enge Leitung. Der Blubbertopf ist in eine Sammelleitung entlüftet, welche über Dach geführt ist. Das Zurückschlagen der gegebenenfalls auftretenden Flamme wird durch einen Kito-Topf verhindert. In die Entgasungsleitung ist nach dem Blubbertopf und vor der Sammelleitung eine Drossel zur Messung der entspannten Gase eingebaut.

Führung des Rohbutols zur Butol-Destillation

Der 30 cbm - Sammelbehälter für Rohbutol ist in Hülse ebenfalls mit Standregler versehen. Dieser ist aber abgeschaltet und es wird nicht nach Tankstand gefahren, sondern die Ventile werden so einreguliert, daß unter Beibehaltung eines möglichst gleichen Standes im Sammelgefäß eine gleichbleibende Menge gefördert wird. Dieses gleichmäßige Fördern wird deshalb angestrebt, weil das Einstellen des pH in der Butol-Destillation durch Einspritzen von KOH in die Rohbutol-Leitung bisher nicht gleichmäßig gefahren werden konnte.

II. Wasserstoff-Kreislauf

1) Theoretische Ableitung und Wasserstoff-Verbrauch

Es sei V der theoretische Wasser^{stoff}verbrauch, c_f die Wasserstoff-Konzentration im Frisch-Wasserstoff, c_k die Wasserstoff-Konzentration im Wasserstoff-Kreislauf.

Dann sind $(1 - c_f) - (1 - c_k)$ die entsprechenden Konzentrationen der Inertgase im Frisch- u. im Kreislaufgas. Im den theoretischen Verbrauch an Wasserstoff V durch Zufuhr von frischem Wasserstoff

1063911

zu decken unter gleichzeitiger Beibehaltung der Wasserstoff-Konzentration im Kreislauf, muss mehr an Frischwasserstoff in den Kreislauf eingeführt werden, als dem theoretischen Verbrauch an Wasserstoff 100%ig entspricht. Es muss also mehr als $\frac{V}{c_f}$ an Frisch-Wasserstoff in den Kreislauf eingeführt werden, um die mit dem Frisch-Wasserstoff $\frac{V}{c_f}$ eingeführte Inertgasmenge $\frac{V \cdot a_2}{c_f}$ auf die Kreislauf-Konzentration a_2 zu verdünnen. Die einzuführende Frischgas-Menge sei mit Z bezeichnet. Sie errechnet sich aus folgender Wasserstoff-Bilanz:

$$\begin{aligned} Z \cdot c_f - V &= (Z - V) \cdot a_2 \\ Z (c_f - a_2) &= V (1 - a_2) \\ Z &= V \frac{1 - a_2}{c_f - a_2} \end{aligned}$$

Für eine Frischgas-Konzentration von 87% und eine Kreislauf-Konzentration von 80% ergibt sich hieraus eine Frischgas-Zufuhr von 1.176 mal dem theoretischen Wasserstoff-Verbrauch. Es ist verständlich, daß die über den theoretischen Verbrauch zu viel zugeführte Gasmenge als 50%iges Kreisgas laufend entspannt werden muss, um das Kreisgasvolumen gleich groß zu halten. In unserem Falle muss also das 0.176-fache = 17.6% der theoretisch verbrauchten Wasserstoffmenge entspannt werden. Diesen Wert ergibt auch noch folgende einfache Beziehung:

Die entspannte Gasmenge sei mit E bezeichnet. Es gilt:

$$\begin{aligned} E &= Z - V \\ E &= V \left(\frac{1 - a_2}{c_f - a_2} - 1 \right) \\ E &= V \frac{1 - c_f}{c_f - a_2} \end{aligned}$$

Für die angeführten Konzentrationen errechnet sich der Bruch zu 0.176, i.h. wieder 17.6% des theoretischen Verbrauches an Wasserstoff müssen laufend entspannt werden.

Besonders einfach ist die Berechnung der zu entspannenden Menge, wenn diese mit der zugeführten Menge Frisch-Wasserstoff verglichen wird. Aus (1) und (2) ergibt sich:

$$\begin{aligned} \frac{E}{Z} &= \frac{V}{V} \cdot \frac{(1 - a_2) \cdot c_f - a_2 \cdot V}{(c_f - a_2) \cdot (1 - a_2)} = \frac{1 - c_f}{c_f - a_2} \\ E &= Z \cdot \frac{1 - c_f}{c_f - a_2} \end{aligned}$$

Hiernach ist die entspannte Menge durch die Menge des zugeführten Frisch-Wasserstoffs und das Verhältnis der Inertgas-Konzentrationen im Frisch- und im Kreislaufgas gegeben. Für unser Beispiel ist der Wert des Bruches $\frac{E}{Z}$

d.h. 15% des zugeführten Frisch-Wasserstoffes sind zu entspannen. Diese Beziehung zeigt eindeutig, daß die entspannte Menge umso kleiner ist, je kleiner die Inertgas-Konzentration im Frischgas und je weiter das Kreisgas ausgefahren wird. Für einen 99%igen Frisch-Wasserstoff und ein 75%iges Kreisgas errechnet sich die entspannte Menge zu $\frac{1}{25} = 4\%$ der eingefahrenen Menge. Da normalerweise die Undichtigkeiten der Apparatur so groß sind, daß 10% der eingefahrenen Menge durch Undichtigkeiten entspannt werden, ist es zwecklos, den Wert des Bruches der Gleichung (5) unter $\frac{1}{10}$ senken zu wollen. Es genügt also die Anwendung eines 98%igen Frisch- und eines 80%igen Kreisgases oder eines 97.5%igen Frisch- und 75%igen Kreisgases.

Die tatsächliche Wasserstoff-Zufuhr für die Hydrierung beträgt in Hüls ca. 115 - 120 % der Theorie. Bei der Berechnung der theoretischen Verbrauchszahlen sind alle Nebenprodukte berücksichtigt.

	% Geh.	Mol. Gew.	Mole	Mol H ₂	Mol H ₂
			kg R.A.	Mol R.A.	kg R.A.
Aldol (100%)	74	88	340		40
Acetaldehyd	5	44	14		4
Crotonaldehyd	1	70	1		3
Rückstand	2	132			
Wasser	18	-			
Reinaldol	100				27

Pro % kg Reinaldol

errechnet sich ein theoretischer Wasserstoff-Verbr. v. 1000 Mole H₂
 das sind bei 0°C und 760 mm Hg 1000 ccm H₂ (100%)
 bei 27°C und 760 mm Hg 1000 ccm H₂ (100%)
 Verbrauch für 4.5 t Reinaldol (Leistung einer S.P. 100 ccm H₂ (100%)/h
 = Anteil der umgewälzten Menge (15000 ccm/h)

Die effektiven Verbrauchszahlen des Betriebes an Wasserstoff 100%ig liegen je nach eingefahrenem Reinaldol bei 5 - 7 % der umgewälzten Menge. Es wird normal mit einem theoretischen Verbrauch von 1000 ccm Wasserstoff 100%ig gerechnet. 15 - 20 % dieser Menge entspannen sich über Undichtigkeiten oder durch die geregelte Entspannung, sodass der effektive Verbrauch an Frisch-Wasserstoff bei 115 - 120 % der Theorie liegt = 1200 ccm Wasserstoff t.a./h = 8% der stündlich umgewälzten Kreisgasmenge.

Der Frisch-Wasserstoff ist in Hüls 97 - 98 %ig im Kreislauf wird mit einem Gehalt von 80% Wasserstoff gefahren. Wenn der Wasserstoff-Kreislauf keine Undichtigkeiten aufweist, müssen also nach (2) 18% des theoretischen Verbrauchs von 1000 ccm/h = 80 ccm/h bei 1 atü = 0.60 ccm/h bei 300 atü. Nach (1) sind für 1000 ccm/h theoret. Wasserverbrauch 1176 ccm Frisch-Wasserstoff pro Stunde zu zahlen, das sind 8% der umgewälzten Menge

entspannt werden

1064011

2) Pumpenseite

Die Gas-U.P. in Hüls sind nicht mit Sattelmotor, sondern mit Elektromotor und Getriebe ausgerüstet. Der Vorteil liegt darin, daß mit zwei Umwälzgeschwindigkeiten gearbeitet werden kann. Die Zylinder werden mit Butol, das Getriebe mit Maschinenöl geschmiert. Die Entschlammung der U.P. geht in Hüls von der Pumpe in einer Leitung unmittelbar über Jach. Der Umgang einer U.P. ist in Hüls nur zweifach ausgeführt. Im ersten Umgang ist ein Umgangsventil, im zweiten Umgang das Überströmventil eingebaut, welches bei 350 atü anspricht.

Austausch zweier Pumpen im Wasserstoff-Kreislauf

Für eine arbeitende U.P. wird immer eine zweite U.P. in Bereitschaft gehalten. Die Bereitschaftspumpe steht beständig unter 50 - 100 atü Wasserstoffdruck. Ein höherer Druck wird nicht zugelassen, um nicht zuviel Wasserstoff durch Undichtigkeiten zu verlieren. Dieser Wasserstoffdruck auf der Pumpe wird über den Wasserstoff-Zwangskrümmen hinter der Pumpe gehalten. Diesen Zwangskrümmen ist an die Zwischenentspannung angeschlossen. Damit ist die Gewähr gegeben, daß die Zusammensetzung des Kreisgases sich beim Auswechseln zweier Pumpen nicht ändert. Der Wasserstoff-Zwangskrümmen bleibt auch während desfahrens der Pumpe angeschlossen.

Auf der Pumpenseite der Bereitschaftspumpe sind nur die elektrischen Ventile vor Eingang in den Maschinenstrang geschlossen. Die entsprechenden Handventile sind geöffnet, ebenso ist der Pumpenumgang geöffnet. Wenn die Pumpe angefahren werden muss, wird zunächst über den Zwangskrümmen die Pumpe auf 300 atü Wasserstoff gedrückt, dann wird das elektrische Ventil Saugseite geöffnet. Hierauf wird die Pumpe angefahren und wälzt zunächst über den Umgang um. Nunmehr wird der Differenzdruck zwischen Druckseite und Saugseite durch teilweises Schließen des Umgangs an der Pumpe eingestellt (eine Feinregulierung in diesem Umgang ist nach Hülser Angaben nicht unbedingt erforderlich aber sehr erwünscht). Nach Einstellung des im Kreisgasnetz herrschenden Differenzdruckes an der angefahrenen Pumpe wird die auszufahrende Pumpe vom Stromnetz abgeschaltet. Da diese Pumpe längere Zeit zum Auslaufen benötigt, wird das elektrische Ventil Druckseite der einzufahrenden Pumpe erst einige Sekunden später geöffnet. Durch richtiges zeitliches Abstimmen der Abschaltung der auszufahrenden Pumpe und Hereinnahme der neuen Pumpe in den Kreislauf lassen sich Druckschwankungen im Kreislauf auf ein Mindestmaß unterdrücken. Diese restlichen Schwankungen werden durch die Rückentspannung der Zentralregulierung ausgeglichen.

Wenn die ausgeschaltete Pumpe zum Stillstand gekommen ist, werden deren elektrische Ventile am Maschinenstrang geschlossen. Zur Sicherung der U.P. ist in diese elektrischen Ventilen eine Vorrichtung eingebaut, welche beim Schließen der elektrischen Ventile automatisch den Pumpenmotor vom Stromkreis abschaltet. Nach Schließen der elektrischen werden auch die Handventile am Maschinenstrang geschlossen und der Umgang an der gestoppten Pumpe geöffnet. Dann werden die Entspannungen an der Maschine und der Pufferflasche geöffnet. Nach Entfernung des Wasserstoffdruckes wird die Pumpe über den Stickstoff-Zwangskrümmen dreimal auf 40 - 50 atü gedrückt und jeweils entspannt. Nach der dritten Entspannung wird das Abgas auf Wasserstoff untersucht.

3) Zwischenstrang

In Hüls sind die Flüssigkeitsabscheider auch im Wasserstoff-Kreislauf mit Umgängen versehen. Nach Hülser Angabe wurde bereits ohne Flüssigkeits-Abscheider gefahren. Es gab zwar harte Stöße in den Leitungen, aber für eine gewisse Zeit war es zu ertragen.

Über die Rückentspannung werden in Hül's ca. 10% des Kreisgases entspannt. Es wird bei einem Ofenwiderstand von 0 - 3 atü ein Differenzdruck von 14 atü gefahren. Um diese Druckdifferenz einwandfrei halten zu können, ist eine Rückentspannung von mindestens 10% der Kreisgasmenge erforderlich.

In der Rückentspannungsleitung ist eine Ringwaage zur Messung des rückentspannten Gases eingebaut. Die Waage arbeitet nicht sehr genau, da sie alle Stösse der Pumpe aufschreibt. Die Meßdrossel für diese Waage darf deshalb nicht zu nahe an die Pumpe eingebaut werden. Nach Hül'ser Angaben können die Anschlüsse für den Anfahrkühler in der Rückentspannungsleitung fortfallen.

Als Differenzdruckmesser wird in Hül's ein Kolbenmesser benutzt. Hül's hat mit diesem Messer gute Erfahrungen gemacht. Das in die Entspannungsleitung für die Fremdgas-Entspannung eingebaute Bedienungsventil ist auch in Hül's zum Bedienungsstand vorgezogen und wird von hier bedient. Es wird also nicht auf dem Flüssigkeitsabscheider entspannt. Hül's schlägt vor, die Frisch-Wasserstoff-Zufuhr auf die Druckseite zu legen, da bei der augenblicklichen Anordnung der Frisch-Wasserstoff zunächst die Pumpe passieren muss, wodurch größere Wasserstoff-Verluste auftreten.

4) Kammerseite

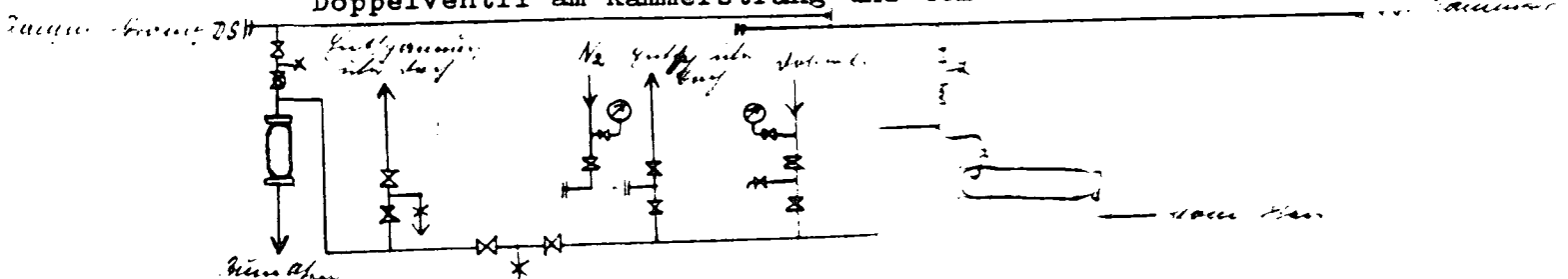
Die Ventile um und durch Regenerator sind in Hül's doppelt ausgeführt, und zwar ist eine Grob- und eine Feinregulierung vorhanden. Es wird aber ausschließlich mit der Feinregulierung gefahren, da diese schon so groß dimensioniert ist, daß die Ventilöffnung auch bei grösster Ofenbelastung ausreicht. In den Ventilen um und durch Regenerator wird ein Teil des Differenzdruckes vernichtet. Während in Schkopau nur vor diese Ventile eine Meßdrossel eingebaut ist, welche hier das gesamte zum Ofen strömende Gas mißt, schlägt Hül's vor, ausser dieser Waage noch eine Kopfgasmessung kurz vor dem Ofen einzubauen, besonders deshalb, weil die erste Messung wegen der Nähe der Pumpe sehr ungenau ist.

Ofenungang

Der Ofenungang zweigt von der Zuleitung zum Ofen aus einem T-Stück ab, welches auf der Druckseite zwischen dem Doppelventil am Kammerstrang und dem Hochdruckfilter eingebaut ist. Der Ofenungang ist zur Rückwand des Ofenbedienungsnauses vorgezogen. Er ist durch ein Doppelventil mit Zwischenentspannung in eine Druckseite und eine Saugseite geteilt. Sowohl an der Druckseite als auch an der Saugseite ist eine Entspannung über Dach angeschlossen. Die Entspannung der Saugseite dient gleichzeitig als Zuführungsleitung für Stickstoff, welcher mit einem Zwangskrümmen hieran angeschlossen werden kann. An die Saugseite des Ofenunganges ist ausserdem die Wasserstoff-Zufuhr aus der Dosierflasche angeschlossen (gegebenenfalls auch besser auf Druckseite verlegt).

Das entsprechende T-Stück auf der Saugseite ist zwischen dem Doppelventil am Kammerstrang und dem Produktabstreifer eingebaut.

10641/1



III. Reduktions-KreislaufAnfahren einer mit Kontakt frisch beschickten Kammer

Es wird zunächst die Pumpe für den Reduktions-Kreislauf über den Jwanzkrümmer aus der 100 atü - Leitung mit Stickstoff auf 30 atü gefüllt. Hierauf wird die Pumpe angefahren. Sie fördert zunächst über den Umgang. Nunmehr wird über die Abhängestelle der gesamte Kreislauf mit 30 atü Stickstoff gefüllt. Dann wird die Abhängestelle geschlossen und sämtliche Ventile im Kreislauf geöffnet, sodaß nach Schließen des Pumpenumganges der Stickstoff mit 30 atü im gesamten Kreislauf über den Ofen umgewälzt wird. Hierauf wird entspannt und anschließend erneut Stickstoff bis 30 atü in den Kreislauf gegeben, nunmehr aber über die Stickstoff-Zufuhr am Ofenumgang. Dieses Entspannen und erneute Aufdrücken von Stickstoff und anschließende längere Umwälzen wird dreimal wiederholt. Dann wird über den Ofenumgang 100 - 120 atü Stickstoff in den Kreislauf gegeben und das Kreisgas auf 35° aufgeheizt. Hierauf wird mit der Wasserstoff-Dosierung begonnen. Die Dosierung des Wasserstoffs erfolgt in Hülse durch Herausdrücken aus der Dosierflasche mit einer Flüssigkeit, welche durch eine besondere Förderpumpe bewegt wird. Dieses Verfahren hat den Vorteil, daß die Dosierung sehr gleichmäßig ist und die Dosierflasche vollständig ausgenutzt wird. Es wird soviel Wasserstoff eingedrückt, daß schließlich 6 - 8 % Wasserstoff im Kreislauf sich befinden. Hierauf wird weiterer Wasserstoff unmittelbar über den Ofenumgang gegeben. Wenn der Druck ansteigt (also kein Wasserstoff mehr verbraucht wird), wird mit Wasserstoff auf 200 atü gedrückt. Das Kreisgas zur Beendigung der Reduktion auf 200° aufgeheizt und bei dieser Temperatur 6 Stunden umgewälzt. Hierauf wird die Überdachtension im Ofenumgang sowohl Druckseite als auch Saugseite geöffnet. Da ein 80%iges Kreisgas erwünscht ist, wird soviel Stickstoff entfernt, daß nach Auffüllung mit Wasserstoff auf 300 atü diese Konzentration im Kreisgas vorliegt. Da der Stickstoff-Partialdruck im Kreisgas bei 200 atü Gesamtdruck ca. 100 atü ist, im endgültigen Kreisgas von 300 atü aber ein Stickstoff-Partialdruck von 60 atü (20% Stickstoff) herrschen soll, muss ein Partialdruck von 40 atü Stickstoff = 60 atü Gesamtdruck entspannt werden, d.h. es wird auf 120 atü entspannt. Schließlich wird mit Wasserstoff auf 300 atü aufgefüllt. Während dieses Auffüllens wird die Temperatur des Gasvorwärmers auf 80 - 90 °C heruntergenommen.

Nachdem somit das richtige Kreisgas eingestellt ist, wird immer noch im Reduktionskreislauf (kann auch im Wasserstoff-Kreislauf durchgeführt werden), um den Kontakt zu benetzen, soviel Rohbutol in den Kreislauf respritzt, bis der Produktabstreifer Stand bekommt. Hierauf wird auf den Wasserstoff-Kreislauf umgeschaltet. Es wird angenommen, daß im Wasserstoff-Kreislauf 1 U.P. mit niedriger Tourenzahl für 3 Kammern arbeitet. Die Pumpe wird vor Hereinnahme der 4. Kammer auf die höhere Tourenzahl umgestellt. Diese Umstellung wird an der Rückentension ausgeglichen. Hierauf wird die U.P., welche zur Reduktion der 4. Kammer benutzt wurde, gestoppt. Nach dem Auslaufen der Pumpe werden die Gruppenventile, welche den Ofen auf den Reduktions-Kreislauf schalteten, geschlossen. Diese Ventile befinden sich auf der Kammerseite hinter den Gruppenventilen, welche den Ofen an den Wasserstoff-Kreislauf anschließen. Ebenso werden die Ventile um und durch Regenerator des einzufahrenden Ofens geschlossen. Dann werden die Gruppenventile, welche die Kammer an den Wasserstoff-Kreislauf anschließen, geöffnet. Eine Umwälzung des Kreislaufgases in der neuen Kammer findet nach dieser Öffnung noch nicht statt. Der Druck des Kreislaufgases steht auf beiden Seiten bis zu den Ventilen um und durch Regenerator. Durch vorsichtiges Öffnen dieser Ventile wird nunmehr der Ofen in den Wasserstoff-Kreislauf hereingenommen. Die geringe, hierbei auftretende Druckschwankung wird wieder in der Zentralregulierung über die Rückentension ausgeglichen.

Nachdem die neue Kammer in den Wasserstoff-Kreislauf eingefahren ist, wird mit dem Einspritzen von ca. 500 - 800 l/h Reinaldol begonnen. Da die bei dieser Zufuhr auftretende Reaktionswärme noch nicht ausreicht, um die für die Reduktion im Ofen erforderliche Temperatur aufrechtzuerhalten, bleibt der Gasvorwärmer noch eingeschaltet und wird in dem Maße, wie der Zulauf an Reinaldol gesteigert wird, zurückgefahren und schließlich ganz ausgeschaltet. Ein neuer Ofen wird anfangs mit einer Kopftemperatur von 25°C gefahren. Der Zulauf an Reinaldol wird pro Tag um 500 - 600 l/h gesteigert.

Der Aldol-Vorwärmer bleibt zunächst ausgeschaltet. Bei Zunahme des Zulaufs sinkt die Temperatur im Ofen allmählich ab. Bei einem Zugang von ca. 2 000 l/h Reinaldol muss der Aldol-Vorwärmer eingeschaltet werden, und zwar wird er zunächst auf 40°C Produkttemperatur gefahren. Da im Ofen Reaktionswärme anfällt, ist die Gastemperatur gewöhnlich 10°C höher, also 50°C. Nach 5 Tagen ist der Zulauf soweit gesteigert, daß der Ofen mit der Vollast von 4.5 cbm/h Reinaldol bei 50 - 55°C Kopftemperatur fährt.

C. Butanol - Hydrierung

Die Butanol-Hydrierung wird in Hüls mit BBE-Kontakt bei 200°C durchgeführt. Das Butanol, welches zur Hydrierung gelangt, ist ca. 40%ig. Es wird mit einem pH von 4.2 in den Ofen eingefahren. Das pH ändert sich während der Hydrierung nicht. Der Einfluss des pH auf die Hydrierung ist noch nicht untersucht. Der Butanol-Ofen ist in Hüls 18 m hoch und hat einen Durchmesser von 500 cm.

Das den Regenerator verlassende Butanol-Kreisgas-Gemisch wird im Gas-Vorwärmer, welcher mit 25 atü Dampf betrieben wird, auf die notwendige Reaktionstemperatur gebracht. Der Gas-Vorwärmer steht auf der 10 m - Bühne. Parallel zum Gas-Vorwärmer ist noch ein elektrischer Ofen, der Spitzenvorwärmer, geschaltet, welcher aber bisher nicht eingesetzt worden ist. Wenn mit dem Spitzenvorwärmer gefahren wird, wird der Gas-Vorwärmer sich erübrigen, denn in diesem Falle ist die Temperatur im Ofen so hoch, daß das im Regenerator vorgewärmte Dampfgemisch dort bereits eine Temperatur von 200°C erreicht. Eine weitere Erhöhung dieser Temperatur im Gas-Vorwärmer ist nicht möglich.

Der Gas- und Produktkühler für Butanol ist in Hüls halb so groß wie der Kühler für Butol.

Bei der Butanol-Hydrierung ist darauf zu achten, daß die Leitungen für Roh-Butanol beheizt sein müssen. Der Produkt-Abstreifer muss gegen Kälte isoliert sein, ebenso das Entspannungsgerät auf der 10 m - Bühne. Der Sammelbehälter für hydriertes Butanol wird zweckmäßig mit Heizung ausgerüstet. Bei den zu erwartenden Wintertemperaturen in Az sind andernfalls Schwierigkeiten zu befürchten. In Hüls wird das hydrierte Butanol aus dem Entspannungsgefäß auf der 10 m - Bühne nicht über einen Trommelzähler gemessen. Es wird aber der Einbau eines solchen Messers vorgesehen, damit die Butanol-Kammer auch für die Hydrierung von Aldol eingesetzt werden kann. In diesem Falle sind auch diese Leitungen und der Zähler gut gegen Kälte zu schützen.

In der Zeichnung der Hydrierung für Az ist für den Wasserstoff-Kreislauf der Butanol-Hydrierung kein Differenzdruckmesser und Doppeldichteschreiber vorgesehen. Nach Angabe von Hüls müssen diese Instrumente aber unbedingt eingebaut werden. Auch eine Fremdgas-Entspannung ist nicht vorgesehen.

10642/1

Tatsächlich ist der Wasserstoff-Verbrauch und somit die Zufuhr an frisch-Wasserstoff bei der Butanol-Hydrierung so gering, daß die zu entspannende Fremdgasmenge sich freiwillig durch die Undichtigkeiten verflüchtigt. Für die eigentliche Butanol-Hydrierung ist also eine Inertgasentspannung nicht erforderlich. Wenn in der Butanol-Kammer Aldol hydriert werden soll, könnte das Inertgas aus dem Ofenumgang entspannt werden. Hüls rät aber dazu, noch eine normale Inertgasentspannung vorzusehen.

Die Flüssigkeitsabscheider im Butanol-Kreislauf können ohne Umgang eingebaut werden, da bei Reparaturen an den Abscheidern die Pumpe abgeschaltet werden kann.

D. 700 atü - Kreislauf

Zu Versuchszwecken baut Hüls z.Zt. einen Wasserstoff-Kreislauf für 700 atü Druck. Dieser Hochdruck bedingt einen wesentlich größeren Durchsatz durch den Ofen. Es wird auch erwartet, daß bei diesem Druck die Reaktionsgeschwindigkeiten erheblich größer werden, sodaß auch aus diesen Gründen die Kammer noch weiter belastet werden kann.

Im Maschinenhaus in Hüls werden z.Zt. aufgestellt: Kompressor. Umwälzpumpe. 1 Einspritzpumpe, sämtliche Maschinen ausgelegt für 700 atü. Die E.P. hat liegende Zylinder. Die Kammer für den 700 atü - Kreislauf wiegt 100 t. Die Tragfähigkeit des Bockkrans (100 t) hat für die Aufstellung dieser Kammer gerade ausgereicht.

E. Belegschaft

- 1 Betriebsführer
- 1 Betriebsassistent
- 1 Betriebsmeister
- 1 Hilfsmeister
- 1 Betriebsschreiber
- 2 Tagesarbeiter (in Hüls z.Zt. 4 Jungens)
- 2 Laboranten
- 4 Laborjungens
- 1 Spülfrau
- 1 Putzfrau
- 1 Botenjunge (1/2 Bote)

Schichtarbeiter pro Schicht

- 1 Schichtmeister
- 1 Vorarbeiter
- 1 Erstmaschinist
- 3 Pumpenfahrer für E.P. (1 Mann für 2 Pumpen)
- 3 Pumpenfahrer für J.P.
- 1 Mann für Zentralregulierung
- 6 Ofenfahrer (1 Mann je Ofen)
- 1 Probenzieher
- 1 Ofenwärter
- 2 Mann Reserve