

N 14

Lamm

Selkoy

... der Bestand
... November 1940.

Lamy

Mineralethylbenzolbestimmung amorph.

Das Ausgangsmaterial ist ein Gemisch aus Benzol und Toluol, welches durch Erhitzen des Rohproduktes bei 100°C über ein Aluminiumchlorid-Filterpapier gereinigt wird. Die Reinigung ist durch die Analyse des Rohproduktes und des gereinigten Produktes nachweisbar. Die Analyse zeigt, dass das Rohprodukt 10% Toluol enthält, während das gereinigte Produkt 0% Toluol enthält. Die Analyse des Rohproduktes zeigt ferner, dass es 90% Benzol enthält, während das gereinigte Produkt 100% Benzol enthält. Die Analyse des Rohproduktes zeigt auch, dass es 0% Ethylbenzol enthält, während das gereinigte Produkt 0% Ethylbenzol enthält. Die Analyse des Rohproduktes zeigt schließlich, dass es 0% Methylstyrol enthält, während das gereinigte Produkt 0% Methylstyrol enthält.

Die Analyse des Rohproduktes zeigt, dass es 10% Toluol enthält, während das gereinigte Produkt 0% Toluol enthält. Die Analyse des Rohproduktes zeigt ferner, dass es 90% Benzol enthält, während das gereinigte Produkt 100% Benzol enthält. Die Analyse des Rohproduktes zeigt auch, dass es 0% Ethylbenzol enthält, während das gereinigte Produkt 0% Ethylbenzol enthält. Die Analyse des Rohproduktes zeigt schließlich, dass es 0% Methylstyrol enthält, während das gereinigte Produkt 0% Methylstyrol enthält.

Die Analyse des Rohproduktes zeigt, dass es 10% Toluol enthält, während das gereinigte Produkt 0% Toluol enthält. Die Analyse des Rohproduktes zeigt ferner, dass es 90% Benzol enthält, während das gereinigte Produkt 100% Benzol enthält. Die Analyse des Rohproduktes zeigt auch, dass es 0% Ethylbenzol enthält, während das gereinigte Produkt 0% Ethylbenzol enthält. Die Analyse des Rohproduktes zeigt schließlich, dass es 0% Methylstyrol enthält, während das gereinigte Produkt 0% Methylstyrol enthält.

Die Analyse des Rohproduktes zeigt, dass es 10% Toluol enthält, während das gereinigte Produkt 0% Toluol enthält. Die Analyse des Rohproduktes zeigt ferner, dass es 90% Benzol enthält, während das gereinigte Produkt 100% Benzol enthält. Die Analyse des Rohproduktes zeigt auch, dass es 0% Ethylbenzol enthält, während das gereinigte Produkt 0% Ethylbenzol enthält. Die Analyse des Rohproduktes zeigt schließlich, dass es 0% Methylstyrol enthält, während das gereinigte Produkt 0% Methylstyrol enthält.

Aethylbenzoldestillation. Benzolkolonne 60 mm Ø. 25 Böden

Belastung 500 kg/h Rohäthylbenzol 31.8.40
Zulauf: 400 kg/h Rohäthylbenzol
Destillationsgeschwindigkeit
Rücklauf: 100 kg/h Benzol
Rücklaufgeschwindigkeit
Wandgeschwindigkeit

Belastung 1500 kg/h Rohäthylbenzol 7.9.40
Zulauf: 1500 kg/h Rohäthylbenzol
Destillationsgeschwindigkeit
Rücklauf: 100 kg/h Benzol = 0.57-fa
Rücklaufgeschwindigkeit
Wandgeschwindigkeit = 1.50 m/Sek.

Temperatur	Wandgeschwindigkeit	Rücklaufgeschwindigkeit	Destillationsgeschwindigkeit
100	1.50	100	500
110	1.50	100	500
120	1.50	100	500
130	1.50	100	500
140	1.50	100	500
150	1.50	100	500
160	1.50	100	500
170	1.50	100	500
180	1.50	100	500
190	1.50	100	500
200	1.50	100	500
210	1.50	100	500
220	1.50	100	500
230	1.50	100	500
240	1.50	100	500
250	1.50	100	500
260	1.50	100	500
270	1.50	100	500
280	1.50	100	500
290	1.50	100	500
300	1.50	100	500

Die Ursache für das unerwartete Verhalten der Kolonne liegt darin, daß infolge eines Fehlers der Herstellungsart nur 100 einzelnen Böden nur ca. 60 % der üblichen Glockenanzahl eingebaut wurden. Es ergab sich infolgedessen ein sehr hoher Druckabfall in der Kolonne, so daß die im Verdampfer erreichbare Temperatur zur restlosen Verdampfung des Äthylbenzols aus dem Diäthylbenzol nicht mehr ausreichte. Die Beobachtung von dieser Kolonne ist im Anhang bei Versuchsprotokoll Nr. 1000/1001 unter folgender Tabelle zu sehen.

Aethylbenzoldestillation: Äthylbenzolkolonne, 30 mm Ø, 42 Böden

<u>Belastung:</u> 847 Moto Äthylbenzol 51.8.40	<u>Belastung:</u> 125 Moto Äthylbenzol
<u>Zulauf:</u> 1930 K ₁ /4	<u>Zulauf:</u> 1930 K ₁ /4
<u>Destillat:</u> 1746 K ₁ /4 Äthylbenzol	<u>Destillat:</u> 1930 K ₁ /4 Äthylbenzol
<u>Rücklauf:</u> 1930 K ₁ /4 Äthylbenzol	<u>Rücklauf:</u> 1930 K ₁ /4 Äthylbenzol
<u>Blasenrate:</u> 1000 Blasen/Min	<u>Blasenrate:</u> 1000 Blasen/Min
<u>Verdampfer:</u> 1930 K ₁ /4	<u>Verdampfer:</u> 1930 K ₁ /4
<u>Temperatur:</u> 170°C	<u>Temperatur:</u> 170°C
<u>Druck:</u> 10 mm Hg	<u>Druck:</u> 10 mm Hg
<u>Differenzdruck:</u> 10 mm Hg	<u>Differenzdruck:</u> 10 mm Hg
<u>Siedenbeginn des Äthylbenzols:</u> 167°C	<u>Siedenbeginn des Äthylbenzols:</u> 167°C
<u>Siedenbeginn des Diäthylbenzols:</u> 175°C	<u>Siedenbeginn des Diäthylbenzols:</u> 175°C

Die Destillationskolonne ist eine Glockenkolonne von 300 mm Ø und 42 Böden. Die Verdampfer- und Kondensator-Fläche beträgt 10 m². Die Belastung liegt bei 1000 Blasen/Min. Die Verdampfer- und Kondensator-Temperatur liegt bei nach der Belastung zwischen 170°C und 175°C, die Temperaturerhöhung zwischen 80°C und 95°C. Die Verdampfer-Temperatur beträgt 170°C, die des sog. kalten Diäthylbenzols im Siedenbad von 170 - 175°C hat. Der Siedenbeginn des Diäthylbenzols schwankt in Abhängigkeit von der Belastung der Äthylbenzolkolonne zwischen 150°C und 170°C. Die Destillation erfolgt ohne Rücklauf.

Die Betriebsdaten bei starker und mittlerer Belastung werden in der folgenden Tabelle wiedergegeben:

Aethylbenzoldestillation: Diäthylbenzolkolonne, Raschigsüle, 800 mm Ø

Belastung: 897 Moto Aethylbenzol 31,8.40	Belastung: 1395 Moto Aethylbenzol
Zulauf: 684 kg/h	Zulauf: 1027 kg/h
Destillat: 608 kg/h Diäthylbenzol	Destillat: 938 kg/h Diäthylbenzol
Blasenabzug: 76 kg/h Rückstand	Blasenabzug: 89 kg/h Rückstand
<u>Gasgeschwindigkeit:</u> = 41,2 cm/Sek.	<u>Gasgeschwindigkeit:</u> = 53,5 cm/Sek.
t Verdampfer: ca. 170°	t Verdampfer: a. 107°
t Übergang: ca. 85°	t Übergang: a. 92°
Druck Sumpf: 140 mm Hg	Druck Sumpf: 100 mm Hg
Druck Übergang: 136 mm Hg	Druck Übergang: 95 mm Hg
Differenzdruck: 4 mm Hg	Differenzdruck: 5 mm Hg
Siedebereich des Diäthylbenzols: 167-221°	Siedebereich des Diäthylbenzols: 160-180°

Die Rückstände sind durch Absaugung mit Vakuum abzusaugen. Der Rückstand dieser Kolonne ist ein praktisch reines, analysierbares Gemisch höherer Kohlenwasserstoffe. Nach Entzug eines von 210° - 240° siedenden Anteils ist der Rückstand ein geeigneter Weichmacher für Gummi. Dieser Anteil wird in der Raschigschleife abdestilliert.

Zusammenfassend ist festzustellen, daß bei der z.Z. von der Aethylbenzoldestillation geforderten Leistung von 200 - 1500 Moto Aethylbenzol zwar die Herstellung eines reinen Aethylbenzols möglich ist, aber Kreisläufe von Aethylbenzol im Benzol und Diäthylbenzol in beträchtlichen Umfang in Kauf genommen werden müssen.

Die Temperaturregelung der Benzolkolonne erfolgt mit einem GST-Regler. Die Aethylbenzolkolonne wird mit vollem Dampfdruck gefahren und der Diäthylbenzolkolonne wird der Dampfdruck mit einem Samsonreduzierventil eingestellt. Sämtliche Säulen und Vorlagen haben automatische Standregelung. Die ein- und ausgehenden Produkte werden mit Ovalradzählern gemessen, Zuläufe und Rückläufe mit Durchflußzeigern eingestellt. Die Haupttemperaturen werden automatisch registriert. Beanstandungen an den Einrichtungen der Betriebskontrolle haben sich nicht ergeben.

Bei dem strengen Frost des vorigen Winters ergaben sich eine ganze Reihe von Schwierigkeiten in der Methylbenzoidestillation, die als Freiluftanlage gebaut ist. Ein Teil der Schwierigkeiten hing damit zusammen, daß die Kondensatoren fast aller Kolonnen auf Grund von Einwalzfehlern undicht waren. Dadurch kam Wasser in die Kohlenwasserstoffe, die mit Wasser nicht mischbar sind und setzte sich besonders bei der durch Methylbenzoid verursachten sehr hohen Belastung in Säcken der Rohrleitungen ab. Die durch Reinigung der Rohrleitungen zum Tanklager entstandenen Störungen waren so schwerwiegend, daß wir uns entschlossen hatten, die besonders gefährdeten Leitungen in ihrer behälterartigen Konstruktion zu ändern und zu führen. Allerdings liegt das in dem Tanklager selbst die am weitesten nach unten Tanklager mit 150 m Höhe. In dem Tanklager sind die Kondensatoren von niedrigem Gefällepunkt bis zum höchsten Punkt der Kolonnen mit Lüftungseinrichtungen, Stutzen, Ventilen, etc. versehen. Die Kondensatoren sind Glasrohr aus dem Material, das für die Weiterleitung der Methylbenzoiddestillate verwendet wird. Die Kondensatoren sind der Benzoidestillation in dem Tanklager in verstärkter Maße nachgebaut, um die durch die hohen Temperaturen im Tanklager mit Kollisionsrisiko im Tanklager verursachten Störungen zu vermeiden. Frischluftzufuhr, auch im Tanklager.

Dr. E. D. ...