Dr. 209 - 214 - 660

Herrn Dir. Dr. Baumann

| Ch.W.H. | Büro Gr. I |
|---|---|
| 29. AUG. 1942 | |
| Nr. | U |

Herrn
Bezirksollkommissar
(Z o l l a m t)
Recklinghausen

Z 8210 HZO-B
G- RV 43/42 Co.8.42 678/B. 2054

Rechtsmittelgingang zum Bezuge von Öl zum Zwecke der Reinigung von Lichtbogen-Kontakte -

Aufgrund der Verfügung des Herrn Oberfinanzpräsidenten Westfalen in Münster, durch welcher unseren Anträgen auf Nachbewilligung von pro Monat benötigten Spezialöl (Ölsäure) zur Kontaktreinigung nicht entsprochen werden kann, weil die Voraussetzungen dafür entfallen sind, haben wir Deine Zentralbüro für Industrie GmbH., Dortmund, die Benutzergenehmigung angefordert und werden diese nach Eingang unverzüglich an das Hauptzollamt, Bochum, weiterleiten.

Ferner haben wir im R.W.A. die Herstellung dieser Reinigungsmittel bei: Zentralbüro für Industrie GmbH., Berlin-Charlottenburg 9, angefordert. Auch dieser Bescheid ist eingeschickt.

Als Zeitpunkt, von dem ab unser Betrieb mit Gewißheit arbeiten, kann voraussichtlich der 1.1.43 in Frage. Einen genauen Termin können Ihnen allerdings erst nach Abschluß unserer Bilanz geben.

Wir kommen von uns aus auf die Angelegenheit zurück.

Heil Hitler!

GEMEINSCHAFT WESTFÄLISCHER
Gesellschaft mit beschränkter Haftung

gez. v. Hahl

gez. pp. Hoeing

**Chemische Werke Hüls**
Gesellschaft mit beschränkter Haftung

# Aktennotiz Nr. [illegible]

Abt. [illegible]

Tag [illegible]

Betreff

Acetylenerfall im komprimierten Gasnetz

Verteiler

In der Aktennotiz vom [illegible] war über den Acetylenerfall im komprimierten Gasnetz [illegible] worden, und [illegible] von Acetylenzerfall [illegible], einige Vorschläge [illegible]. Neben der vorschriftsmäßigen Anwendung [illegible] Entscheidung gegenüber dem [illegible] Acetylenerfall [illegible] entstehen dadurch, daß durch die [illegible] Wunde oder deren Nähe [illegible]. Da aber der Zerfall [illegible] kann, bis dahin der [illegible] die Druckstellen bei [illegible] Zerfall immer an [illegible] stehen sowohl an [illegible] nehmen, und zum Einsetzen [illegible] Fehlerquelle dabei [illegible], daß der Rohrwand katalytisch wirkt und den Zerfall [illegible]. Wenn man nun an Stelle von [illegible] als Zerfall [illegible] Fallotemperatur für das Acetylen [illegible] möglich sein, diese Art von Acetylenzerfall [illegible] zu vermeiden.

In der Anmeldung der [illegible] IV/12 o (1/06) vom [illegible] 12.36 [illegible] Für die Behandlung von [illegible] tierten Rohrleitungen [illegible] Vorgängen des Acetylens verschiedene Werte, die [illegible] finden können.

Nach dieser Sachlage wird es angezeigt sein, [illegible] in komprimierten Gasnetzen [illegible] oder vorbeugend [illegible] auch die Rohrleitungen mit Fluoreszenzen [illegible]

Gaus[illegible]

0030 10 T. 4120

CHEMISCHE WERKE HÜLS GESELLSCHAFT MIT BESCHRÄNKTER HAFTUNG

Hauptzollamt

Bochum

MARL (Kr. Recklinghausen)

K. A. 600/H8 den 4. 7. 1942

Zollfreier Bezug von Gasöl zum Zwecke der Reinigung von Lichtbogenacetylen.
Ihr Schreiben vom 1.5.42 - Z 2210 MZO. + B

Wir beziehen uns auf die am 2. d. M. geführte Besprechung mit den Herren Oberzollrat Lappe und Bezirkszollkommissar Kohler in obiger Angelegenheit. Herr Oberzollrat Lappe führte aus, daß das von uns bezogene Öl nach der MZO. eindeutig zollpflichtig sei, da unser Betrieb kein Kokereibetrieb ist.

Wir machten gegenüber geltend, daß wir im Gegensatz zu einem Kokereibetrieb, der nach alten bekannten Verfahren arbeitet, ein neues Verfahren mit erheblichen Verlusten unter schwierigsten Bedingungen in die Großtechnik überführen müssen und hierfür das Spezialwaschöl praktisch zum gleichen Zwecke wie auf den Kokereien benötigen.

Gemäß Reichszollblatt Nr. 22 vom 27. 3. 39 S. 210 Tabelle II B haben wir deshalb zum mindesten Anspruch auf den ermäßigten Zollsatz von RM 2,-- % kg. In der gleichen Stelle wird zudem angeführt, daß Gasöl zollfrei bezogen werden kann, wenn es zu den chemischen Produkten weiter verarbeitet wird. Unser Öl ist bei der mit ihm durchgeführten Gasreinigung an der Bildung von Polymerisationsprodukten beteiligt, und es hätte somit nach den Bestimmungen im Reichszollblatt überhaupt kein Zoll bezahlt werden müssen. In der am 4. 9. 39 in Kraft getretenen Änderung des Zolltarifes für Gas- und Treiböl wurde nämlich nur

der preisbegünstigte Bezug von Gas- und Treibölen zum Betrieb von Motoren verboten. Außer diesem Grundpreis wurden [illegible] es für die Verbraucher festgesetzt, die Gas- und Treiböl auf Grund der NVO. zollbegünstigt beziehen konnten und ausdrücklich bestimmt, daß die früheren Begünstigungen den Verbrauchern auch weiterhin gewährt werden müssen.

Wir beantragen deshalb, aufgrund der Anmerkung 1 zu Nr. [illegible] des Zolltarifes den steuerbegünstigten Bezug von [illegible] zu genehmigen und bitten, die nötigen Schritte hierzu einzuleiten.

Mit Ihrem Schreiben vom 7. 1. 39 haben Sie uns die Berechtigung zum Bezuge von preisbegünstigten Gasöl. solange wir in unserer Bunn-Erzeugung mit Verlust abschließen. Sowohl wir unsere Betriebsergebnisse heute übersehen, werden wir noch bei den derzeitigen Verkaufspreisen, die vom Reichskommissar für die Preisbildung festgesetzt sind, mit Verlust arbeiten, weil bei uns die Anfahrschwierigkeiten infolge der Kriegsverhältnisse immer noch nicht überwunden sind. In Ihrer Unterrichtung fügen wir eine Selbstkostenberechnung bei, die wir aufgrund der Gestehungspreise des 1. Quartals 1942 und den tatsächlichen Verkaufskosten, generell, Steuern und Verpackungskosten festgestellt haben. Es kommen hierbei zu einem Selbstkostenpreis von RM 237,54 % kg und.

In Dezember v. J. erlitten wir durch den Abwurf von Brand- und Spreng- und brandbomben feindlicher Luftwaffe einen großen Betriebsschaden. Dieser Schaden wird von Reichswegen ersetzt, jedoch ist es unbestritten, da unsere angemeldete Forderung bezgl. der Wertsachen und der verbrauchten Energien anerkannt wird. Wir können daher mit zuversichtlich, daß dieser fragliche Betrag in Höhe von RM 2 118 977,— von unserem Betriebsergebnis getragen werden muß. Dieser Betrag ergibt nur die Produktion des 1. Quartals berechnet eine Verteuerung unserer Gestehungskosten von RM 2,7[illegible] % kg und. Den Selbstkostenpreis von RM 267,24 % kg stehl ein mittlerer Pr-

der preisbegünstigte Bezug von Gas- und Treibölen zum Antrieb von Motoren verboten. Außer diesem Grundpreis wurden Sonderpreise für die Verbraucher festgesetzt, die Gas- und Treiböl auf der MSO. zollbegünstigt beziehen konnten und ausdrücklich bestimmt, daß die früheren Begünstigungen den Verbrauchern auch weiterhin gewährt werden müssen.

Wir beantragen deshalb, aufgrund der Anmerkung 1 zu Nr. [illegible] Zolltarifes den steuerbegünstigten Bezug von Spezialgasöl zu genehmigen und bitten, die nötigen Schritte hierzu einzuleiten.

Mit Ihrem Schreiben vom 7. 10. 39 gaben Sie uns die Genehmigung zum Bezuge von preisbegünstigtem Gasöl, solange wir in unserer Russ-Erzeugung mit Verlust abschließen. Soweit wir unsere Betriebsergebnisse heute übersehen, werden wir auch bei den heutigen Verkaufspreisen, die vom Reichskommissar für die Preisbildung festgesetzt sind, mit Verlust arbeiten, weil bei uns die Fahrschwierigkeiten infolge der Kriegsverhältnisse immer noch nicht überwunden sind. Zu Ihrer Unterrichtung fügen wir eine Selbstkostenberechnung bei, die wir aufgrund der Gestehungsdaten des I. Quartals 1942 und den mutmaßlichen Verkaufskosten, Provisionen, Steuern und Verpackungskosten festgestellt haben. Wir kommen hierbei zu einem Selbstkostenpreis von RM 237,54 kg netto.

Im Dezember v. J. erlitten wir durch den Abwurf von Spreng- und Brandbomben feindlicher Flugzeuge einen großen Betriebsschaden. Dieser Schaden wird von reichswegen erstattet, jedoch ist es umstritten, ob unsere angemeldete Forderung bezgl. der Amortisation und der verteuerten Energien anerkannt wird. Wir müssen damit rechnen, daß dieser fragliche Posten in Höhe von RM 2 118 977,-- von unserem Betriebsergebnis getragen werden muß. Dieser Betrag ergibt auf die Produktion des I. Quartals gerechnet eine Verteuerung unserer Gestehungskosten von RM 29,70 kg netto. Den Selbstkostenpreis von RM 267,24 kg steht ein mittlerer

lös von RM 230,-- % kg gegenüber. Weiterhin fügen wir einen Auszug aus unserer Bilanz p. 31. 12. 41 bei, aus dem ersichtlich ist, daß ein Verlust von RM 13 879 445,67 entstanden ist. Der Verlust wurde durch einen innerbetrieblichen Ausgleich, den uns die Buna-Werke Schkopau G.m.b.H. bis Dezember 1941 in Höhe von RM 12 583 493,-- gewährt hat, auf einen Bilanzverlust von RM 1 295 952,67 ermäßigt. Für das Jahr 1942 kommt eine Ausgleichszahlung des Werkes Schkopau an uns nicht mehr infrage.

Wir können heute noch nicht übersehen, inwieweit sich unser Betriebsergebnis im II. und III. Quartal 1942 bessern wird und sind deshalb vorläufig nicht in der Lage, Ihnen die Bescheini[illegible] [illegible] Bezuge von preisbegünstigtem Gasöl zurückzugeben.

Heil Hitler!

CHEMISCHE WERKE HÜLS
Gesellschaft mit beschränkter Haftung

gez. ppa Baumann [illegible]hsung

200 670

**Chemische Werke Hüls**
Gesellschaft mit beschränkter Haftung

**Aktennotiz** Nr. 3

Abt.

Tag

Betreff: [illegible]

Verteiler

[illegible] wurden [illegible] Hauptleitungen [illegible] Zerstörung [illegible] Ursachen [illegible] Fall wurden die Leitungen [illegible] weitere Abteilung konnte [illegible] werden.

Als Gegenmaßnahme wird in [illegible] Gasrohre an zahlreichen [illegible] eingespritzt. Der eingespritzte Wasser soll [illegible] Polymerisat an den Rohrwänden durch Spülung [illegible] und dadurch einen Acetylenzerfall einleiten. [illegible] denen Zerfall soll es die freiwerdende Energie [illegible] Einspritzung hat aber bisher noch keinen sicheren Acetylenzerfall [illegible], wie die Versuche [illegible] gezeigt haben.

Für den Acetylenzerfall gibt es wohl [illegible] zwei Möglichkeiten:

1. Das Acetylenhaltige Gasgemisch zerfällt in [illegible]. Dabei bringt die freiwerdende Energie das [illegible] die Zerfallstemperatur, sodaß sich der Vorgang [illegible] kann.

2. Das Gasgemisch zerfällt an der Rohrwand, [illegible] deren Belag durch katalytische Wirkung die Zerfallstemperatur herabsetzt. Es muß also die [illegible] im Zerfall freiwerdende Wärme an die Wand und das Gas auf diese erniedrigte Temperatur [illegible]. Dieser Zerfall kann also bei einer Gesamttemperatur [illegible] Bedingungen stattfinden, bei denen der 1. [illegible] geringer Energie nicht [illegible] stattfinden kann, [illegible] eine Oberflächenbewegung.

In beiden Fällen kann die Wirkung durch den [illegible] empfindlichen Polymerisat erfolgen. Beide Fälle [illegible] Wirkung und Bedeutung [illegible] verschieden.

cont'd [illegible]

Im Fall 1 ist bestimmt damit zu rechnen, daß bei geometrischen Abmessungen, also bei Vergrößerung der Behälter und Leitungen, Explosionen und Detonationen können, die man unmöglich technisch beherrschen diesem Vorgang spielt die Strömungsgeschwindigkeit eine entscheidende Rolle. Der Vorgang breitet sich mit der Geschwindigkeit nach allen Seiten im Raum aus. Der Fall 1 ist experimentell untersucht.

Im Fall 2 wird die Gefahr bei kleineren Gesamtmassen, bei größeren Abmessungen geringer. Außerdem treten hier Druckerhöhungen auf. Es können im wesentlichen nur Temperaturen entstehen. Der Vorgang vollzieht sich langsam, vor allem bei großer Energiezufuhr, noch rechtzeitig Gegenmaßnahmen getroffen werden können. Dieser Fall ist technisch beherrschbar, wenn nicht sogar wahrscheinlich. Die Strömungsgeschwindigkeit ist für diesen Vorgang die wichtigste Größe neben der Gasmengenzuführung, dem Acetylengehalt, Wärmeflußverhältnissen und der Oberflächenbeschaffenheit. Bei sonst konstanten Bedingungen wird der Zerfall einer Strömungsgeschwindigkeit an aufwärts eintreten können. Bei bewegtem oder bei ruhendem Gas wird er überhaupt nicht eintreten. Der Vorgang wird sich nur so weit gegen die Strömung ausbreiten, als die Flamme in der Rohrwand fliehen kann. Die Zerfallstemperatur bringt oder so weit der Zerfall sich gegen die Strömung ausbreitet. Der Fall 2 ist kaum untersucht worden.

Es ist noch eine dritte Möglichkeit denkbar:
Es findet an der Stelle ein Acetylenzerfall nur zum Teil umgesetzte und damit noch acetylenhaltig sich mit den entstandenen Gas, wenn man der ursprünglichen Zerfallstemperatur dieses Gas-Luft-Gemisches so hoch, die durch die freiwerdende Energie diese erhitzen wird, dann kann der Zerfall der ersten Art nicht [illegible]

Man muß noch damit rechnen, daß [illegible] reinen Acetylen [illegible] Vorgang [illegible] nicht [illegible] möglich, daß [illegible] besonders [illegible] [illegible]

den Paradies, in dem der [illegible] kann, muß man [illegible] zur [illegible] [illegible]

Die [illegible] kann [illegible] Geschwindigkeit [illegible] schnitte, [illegible] unterwirft, [illegible] [illegible] [illegible] [illegible] [illegible]

Die [illegible] kann [illegible] [illegible] [illegible] [illegible]

[illegible]

[illegible] Zweck [illegible] Apparat [illegible]
[illegible]tung für die Steuerung in einer Richtung [illegible]

Bei allen 7 bisher vorgekommenen Störungen [illegible] Acetylenzerfall an der Rohrwand handeln. Es ist noch [illegible] beobachtet worden, das dafür spricht, daß die in [illegible] vorkommenden Gasgemische unter den normalen Betriebsbedingungen im Gasraum zu zerfallen. Auch bei den Versuchen Dr. Krauss, der das Gasgemisch unter dem Kompressionsdruck in einer Bombe mittels durchschmelzender Zünddrähte zündete, trat kein Acetylenzerfall auf. Ob aber [illegible] Eingangen die Grenzen überschritten werden, [illegible] Acetylenzerfall im Gasraum stattfinden kann, [illegible] Bei falscher Führung des Kolbens kann der Acetylen komprimierten Gas stark ansteigen. (In der heutigen Gasleitungen kann dieser Fall nicht mehr auftreten.) [illegible] eines Kühlers an den Ein- und Kompressionsventilen können höhere Drucke auftreten. [illegible] Verhältnisse nur irgendwie gestatten, müssen daher [illegible] Acetylenzerfall im Gasraum für den infrage kommenden Versuche bestimmt werden. Ebenso wäre es sehr wichtig, [illegible] zerfall von außerordentlich acetylenhaltigen Gasen [illegible] dessen Vermeidung experimentell zu studieren. [illegible] untersuchen, ob strömenden, hochprozentigen Acetylen [illegible] unter 1,3 ata, bei denen man bisher nicht mehr mit [illegible] fall rechnet, ebenfalls einen Zerfall an der [illegible] kann.

Gesellschaft [illegible]

An die
Reichsstelle für
Mineralöl

B e r l i n SW 68
Krausenstr. 23-24

Sohs/Ku - Kraft 15.5.42 Einkauf 19.5.42/Wa
18/42. 565/3/200/HU 139
1

Unzulässige Verwendung des für technische Zwecke zugeteilten Dieselkraftstoffes

Wir nehmen Bezug auf Ihr Schreiben v. 15.5.42 und teilen Ihnen folgendes mit:

Am 28.4.42 haben wir Herren Dr.-Ing. Fritz Müller, Friedr. Krupp Hauptverwaltung des Kohlenbergbaues, Essen, auf Grund seines telefonischen Anrufs Auskunft über unseren monatlichen Gas-Öl-Verbrauch und zwar führten wir an, daß wir z. Zt. etwa 150 to Gasöl verbrauchen und hiervon etwa 30 to Dieselkraftstoff auf unserem Gasolpark [illegible]. Diese Auskunft erfolgte lediglich um eben diesen Irrtum [illegible] mit unserem Schreiben v. [illegible] [illegible] Preis [illegible] richtigt mit dem [illegible] Hinweis, daß wir [illegible] zielgemäß für unseren Betriebsverbrauch [illegible] Dieselkraftstoff für unseren Fuhrpark [illegible], der [illegible] 150 to Spezialgasöl [illegible] verwenden [illegible] aufgegebenen Schreiben v. 15.5.42, [illegible] wir [illegible] in dieser Angelegenheit bereits von unserer [illegible] gehört. [illegible] in keiner Weise Vergehen gegen [illegible] der Anordnung der Reichsstelle für Mineralöl v. 15.5.40 und gegen § [illegible] der Anordnung der Reichsstelle für Mineralöl v. 20.5.40 vor. [illegible] auch ein Ordnungsstrafverfahren gegen uns. Bei dieser Gelegenheit möchten wir nochmals darauf hinweisen, daß die 30 to [illegible] Gasgemische zur Frachtfahrt der Bergfuhrleute [illegible]

verbraucht werden. Wir hatten übrigens Gelegenheit, vor [illegible] einen Ihrer Herren durch die Gaswäsche zu führen und ihm [illegible] Stelle einen Beweis des tatsächlichen Verbrauchs [illegible] Wir sind auch jetzt jederzeit bereit durch Prüfung eines [illegible] verständigen unseren Verbrauch zu bezahlen.

Wir hoffen, daß diese Zeilen eine endgültige Klärung der [illegible] heit bringen.

Heil Hitler!

CHEMISCHE WERKE HÜLS
Gesellschaft mit beschränkter Haftung

An die
Reichsstelle für
Mineralöl

Berlin SW 68
Krausenstr. 22-24

Einkauf
665/I/200/Eu 139 16.5.42/Ke

Spezialgasöl für Gaswäsche

Anläßlich einer telefonischen Rücksprache mit dem Zentralbüro für Mineralöl, Dortmund, mußten wir hören, daß Sie uns die für die Monate Mai und Juni freigegebenen je 150 to Gasöl, auf 120 to je Monat gekürzt haben. Damit können wir uns unter keinen Umständen einverstanden erklären. Die 150 to Spezialgasöl werden unbedingt monatlich für unsere Gaswäsche benötigt. Eine Kürzung würde bedeuten, daß wir für eine Zeitlang die Gaswäsche vollständig stillegen müßten. Die Folge davon wäre eine Stillegung der gesamten Bunaproduktion. Wir nehmen an, daß die Kürzung dadurch erfolgt ist, daß wir Herrn Dr.-Ing. Fritz Müller, Friedr. Krupp A.G., Hauptverwaltung d. Kohlenbergbaues, Essen, irrtümlich falsche Angaben über unseren monatlichen Verbrauch an Gasöl machten. Wir haben diesen Irrtum bereits mit unserem Schreiben vom 15.5.42 an Herrn Dr.-Ing. Fritz Müller berichtigt. Als Anlage fügen wir einen Abzug dieses Schreibens zu Ihrer gefl. Kenntnisnahme bei. Wir möchten Sie deshalb nochmals allerdringendst bitten, umgehend dem Zentralbüro für Mineralöl, Dortmund Anweisung zu geben, daß uns bis auf weiteres monatlich 150 to Spezialgasöl für Gaswäsche zuzuweisen sind.

Heil Hitler!
CHEMISCHE WERKE BÜNA
Gesellschaft mit beschränkter Haftung

Anlage

gez. i. V. Schmidt

gez. Schmidt

D.: 200.110.120.210.500.20

Herrn
Dr.-Ing. Fritz Müller
Friedr. Krupp A.G.
Hauptverwaltung d. Kohlenbergbaues

Essen

Einkauf
665/I/200/Hü 139

15.5.42/Ta

Gasölverbrauch der Chem. Werke Hüls

In unserem Schreiben v. 28.4.42 ist uns leider ein Irrtum unterlaufen. Wir gaben Ihnen an, daß wir monatlich etwa 150 to Gasöl verbrauchen und daß hiervon etwa 30 to auf Dieselkraftstoff für unseren Wagenpark gehen. Richtig ist, daß wir monatlich 150 to Spezialgasöl für unsere Gaswäsche verbrauchen. Diese 150 to werden unbedingt monatlich für den vorgenannten Zweck benötigt. Außer dieser Menge beziehen wir noch Dieselkraftstoff für unseren Wagenpark. Diese Menge schwankt, beträgt z.Zt etwa 30 to. Diese 30 to haben mit den 150 to Spezialgasöl für Gaswäsche nichts zu tun.

Wir bitten Sie, unseren Irrtum höflichst zu entschuldigen.

Heil Hitler!

CHEMISCHE WERKE HÜLS
Gesellschaft mit beschränkter Haftung

D.: 200.110.120.210.600.20

18 5.42
Di[illegible]

Betrifft: [illegible]
[illegible]

Die Chemischen Werke Hüls G.m.b.H. [illegible] monatlich ein Kontingent von [illegible] stoff zugewiesen. [illegible] [illegible] [illegible] [illegible] [illegible]

In diesem [illegible] Nr. 35 der [illegible] gem. § 1 der [illegible] Nr. [illegible] vom 20. [illegible] 1940 vor. [illegible] gen die Chemischen Werke [illegible] Ziele der [illegible]

Ich gebe Ihnen [illegible] gen Anschluß [illegible] schriftlich [illegible]

[illegible]
I. [illegible]

**Chemische Werke Hüls**
Gesellschaft mit beschränkter Haftung

# Aktennotiz Nr

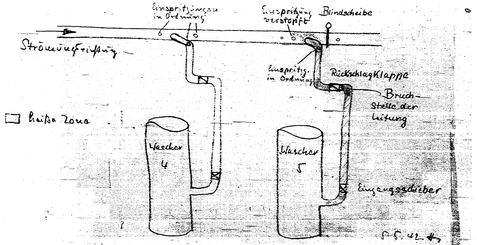
Akt

Tag

Verteiler

Betreff

0030 10 7. 1120


Einspritzung in Ordnung
Einspritzung verstopft
Bindscheibe
Störungsaufzeichnung
Einspritzg. in Ordnung
Rückschlagklappe
Bruch-stelle der Leitung
heiße Zone
Wascher 4
Wascher 5
Einzugsdrieber

Herrn
Dr.-Ing. Fritz Müller
Friedr.Krupp A.G.
Hauptverwaltung d.Kohlenbergbaues

Essen

Dr.Bum.

Gasölverbrauch der Chem.Werke Hüls.

In Erledigung Ihres Anrufes bei unserem Herrn Dr.[illegible] teilen wir mit, daß wir z.Zt.-monatlich etwa 150 t Gasöl verbrauchen. [illegible] 50 % auf Dieselkraftstoff für unseren Fuhrpark (Lieferung [illegible] muß), der Rest ist ein Spezialöl, das von Interhall A.G. [illegible] destilliert und in einer Gasölsäule bearbeitet wird. Es ist [illegible] te dieses Jahres der Verbrauch an Spezialöl auf etwa 80 t [illegible] Voraussetzung hierfür ist, daß [illegible] für die Umstellung notwendigen Leitungsnetz fertiggestellt werden.

Beide Öle werden durch das Zentralbüro für Mineralöl in [illegible]

Heil Hitler!
CHEMISCHE WERKE HÜLS
Gesellschaft mit beschränkter Haftung

§ 110, 120, 200, 210, 600, 20.

---

Herrn [illegible]

Chemische Werke Hüls
Gesellschaft mit beschränkter Haftung

Aktennotiz Nr.

Abt. [illegible]
Tag [illegible]
Verteiler

Betreff

[illegible]

0700 10.1.4120

Um nun das Diacetylen als störenden [illegible] zu be-
den Sie in der Ölwäsche gefahrenen Umlaufmenge [illegible]
reduziert, bis die Menge bei einer [illegible]
ausreichend war, bei den herrschenden Temperaturen
Diacetylen aus dem Gas herauszuwaschen. Die Versuche
der laufenden Produktion durchgeführt werden mußten
den wechselnden Produktionsbedingungen, wie Anfahren
Ölbeschaffenheit und sonstigen Schwankungen unterlagen
zunächst kein klares Bild zu erkennen war. In Folge
einzelnen Daten der Versuchszeit zusammengestellt:

| Tag | mittlere Öltemp. | gefahrene Ölmenge cbm pro 1000 cbm Acet. | Hg-Verbrauch kg pro to. |
|---|---|---|---|
| 6.2.42 | 6 | 20 | 8.1 |
| 7. " | 5 | 20 | 9.9 |
| 8. " | 4 | 20 | 6.8 |
| 9. " | 7 | 20 | 4.2 |
| 10. " | 10 | 20 | 2.3 |
| 11. " | 8.5 | 20 | 1.7 |
| 12. " | 8.5 | 20 | 3.9 |
| 13. " | 10 | 20 | 0.4 |
| 14. " | 9 | 20 | 5.0 |
| 15. " | 6 | 20 | 1.5 |
| 16. " | 5.5 | 20 | 3.5 |
| 17. " | 6 | 20 | 5.0 |
| 18. " | 5 | 15 | 4.4 |
| 19. " | 4 | 15 | 3.3 |
| 20. " | 6 | 10 | 12.0 |
| 21. " | 6.5 | 20 | 7.5 |
| 22. " | 8 | 20 | 1.3 |
| 23. " | 9.5 | 20 | 2.8 |
| 24. " | 9 | 20 | 1.1 |
| 25. " | 10 | 20 | 2.0 |
| 26. " | 10 | 20 | 0.0 |
| 27. " | 11 | 20 | 3.5 |
| 28. " | 11 | 20 | 0.0 |
| 1.3.42 | 11 | 20 | 3.6 |
| 2. " | 11 | 20 | 4.2 |
| 3. " | 11 | 20 | 7.9 |
| 4. " | 12.6 | 20 | 8.4 |
| 5. " | 8.5 | 20 | 8.9 |
| 6. " | 7 | 20 | 6.1 |
| 7. " | 10 | 20 | 6.8 |
| 8. " | 11.5 | 20 | 4.6 |
| 9. " | 12.5 | 20 | 4.9 |
| 10. " | 12.5 | 15 | 8.4 |
| 11. " | 11 | 15 | 11.0 |
| 12. " | 9 | 15 | 7.1 |
| 13. " | 11 | 15 | 1.7 |
| 14. " | 16.5 | 15 | 9.[illegible] |
| 15. " | 16 | 15 | 12.7 |

So verwirren diese Zahlenreihen [illegible],
einigen Hinweis dennoch [illegible].

[illegible]

[illegible] von [illegible] Chlorgehalt in [illegible]
verschiedenen Chargen. [illegible] und [illegible] des [illegible]

| Zeit | [illegible] Chlorgehalt | [illegible] Chlorgehalt | [illegible] Verbrauch in cbm pro 100 cbm Acet. |
|---|---|---|---|
| 6.- 14.2. | 6 | 28 | 4.6 |
| 15.- 16.2. | 6 | 20 | 2.4 |
| 19.- 19.2. | 5 | 15 | 3.0 |
| 20.2.- 15.3. | 6 | 10 | 12.5 |

Diese Zahlen lassen deutlich erkennen, daß die [illegible] I. u. II. [illegible] deutlich, wie der Reinigungseffekt [illegible] der Alkylierung [illegible] durch [illegible] in [illegible] pro Std. oder [illegible] [illegible] Verbrauch [illegible] Mengen mit der Charge [illegible] [illegible] in Minuten geht, wie es [illegible] der Art der Charge [illegible] zu [illegible] einer [illegible] konstanten Bisengenzen [illegible]

[illegible] bei jeweils besten Reinigungseffekt [illegible] [illegible] verwendeten Chargen [illegible] von der Chargenartur abhängigen Chargen [illegible] [illegible]. Diese Zahlen ergeben den [illegible] [illegible] noch Werte v. 22.- 28.10.41 Durchschnittlich [illegible] des Diacetylens bei 5° ergibt [illegible]

[illegible] 8,6 cbm Cl pro 1000 cbm Acetylen.
[illegible] 7

Diese Zahl ist wesentlich geringer als die bisher [illegible] [illegible] (ca. 16 cbm). Daraus muß [illegible] [illegible] daß ein Stoff zu entfernen ist, der [illegible] wesentlich geringer als die des Di[illegible] [illegible] besitzt oder auch einen etwas niedrigen [illegible] Ein solcher Stoff ist das Vinylacetylen, dessen [illegible] nur 1/3 des Diacetylens beträgt. Rechnet [illegible] Verbrauch von Vinylacetylen erforderliche Zahl [illegible] so ist man zu $\frac{1000}{57 \times 0.7} = 25$ cbm Cl pro 1000 cbm [illegible]

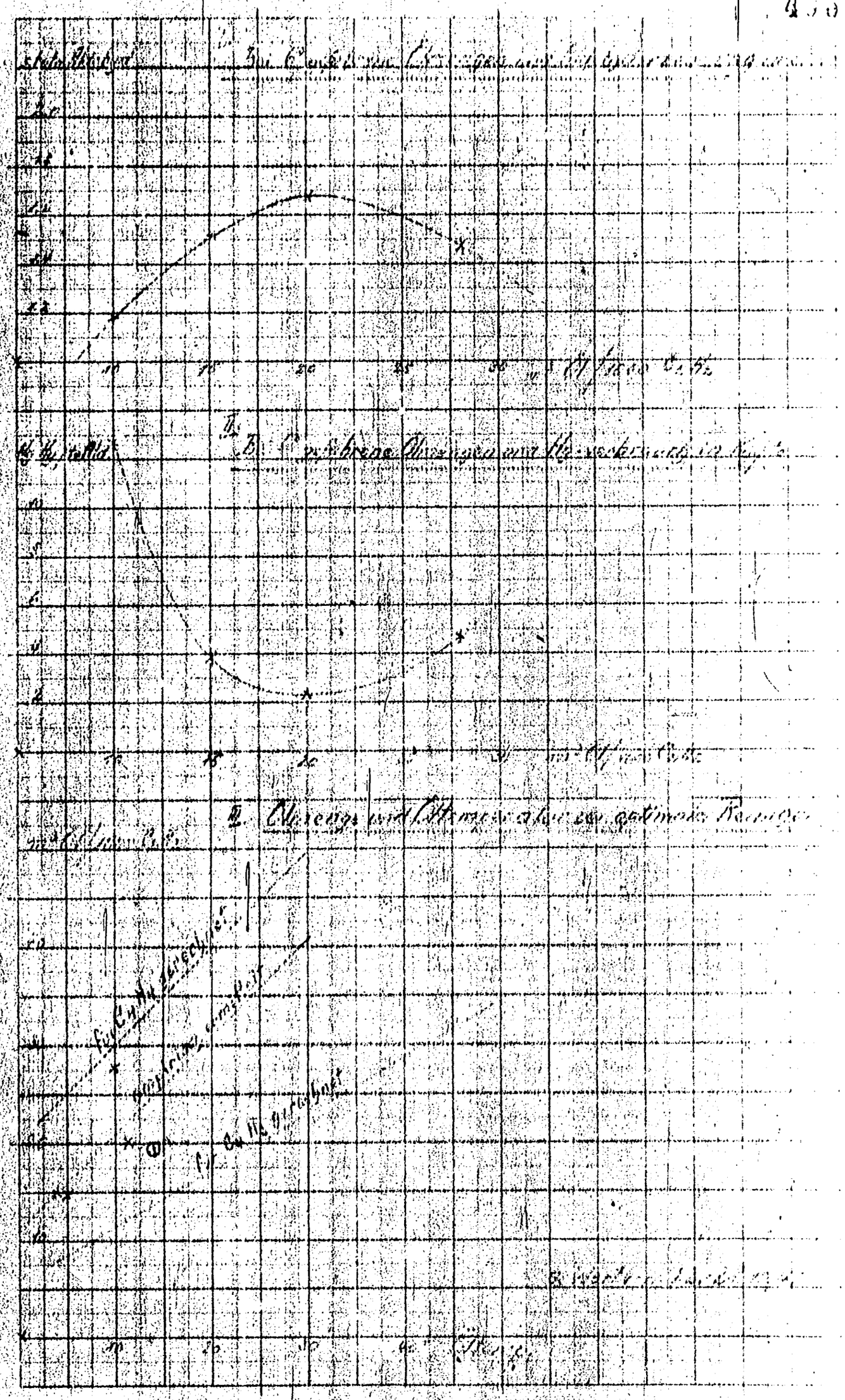
Ein Wert, der der empirisch [illegible] aus den Betriebsverhältnissen [illegible] Chlorgehalt wesentlich näher kommt.

Auf Grund der vorangegangenen [illegible]
angelaucht mit Alkohol auf die Alkohol [illegible]
auf möglichst weitgehende Entfernung der [illegible]
und die Entfernung der dann noch verbleibenden [illegible]
Schwefelsäurewäsche zu überlassen.

Gundpunktfeuerung. Aus einem [illegible] 12 Monate [illegible]
stellung von Betriebszahlen [illegible] Gleichzeitig [illegible]
Erfahrungsergebnisse der Aldehydfabrik [illegible]
Einzelheiten abgeleitet, die bei dem Betrieb der [illegible]
Erreichung des optimalen Reinigungseffektes eingehalten [illegible]

gez. Zabel

Anlagen



Herrn Dir. Dr.

Chemische Werke Hüls

Herrn Dir. Dr. [illegible]

**Chemische Werke Hüls**
Gesellschaft mit beschränkter Haftung

# Aktennotiz Nr.

Ch. W. [illegible]
Eing. Abt. [illegible] 1942
Tag
Verteiler

**Betreff**

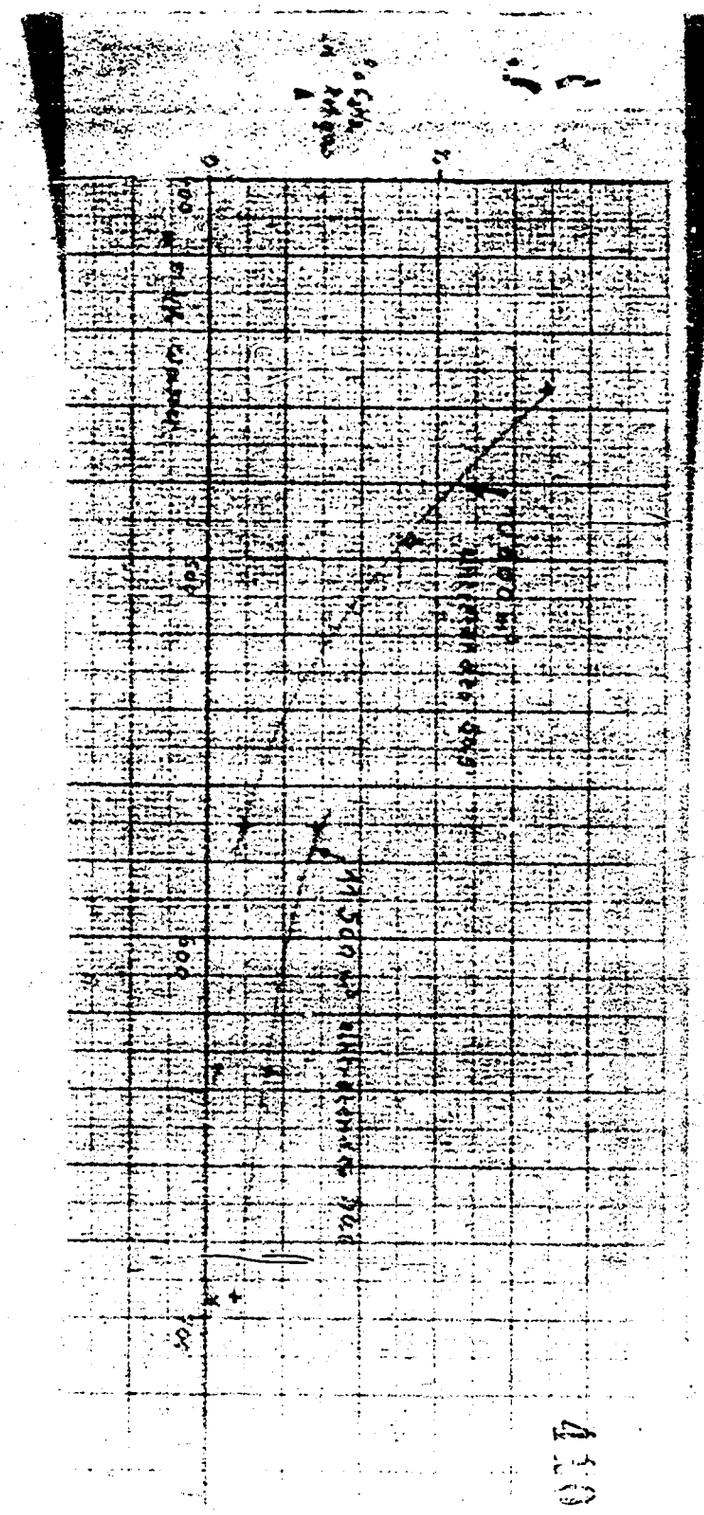
[illegible]

0030 10 T. 4120

| [illegible] | [illegible] | [illegible] | [illegible] | [illegible] | [illegible] | [illegible] | [illegible] | [illegible] | [illegible] |
|---|---|---|---|---|---|---|---|---|---|
| 6.0° | 695 | 7 750 | 0.035 | 290 | 10 570 | 25.8 | 16.2 | | – |
| [illegible] | 635 | 7 750 | 0.087 | 550 | 10 630 | 25.8 | 16.9 | | 690 |
| 8.6° | 570 | 7 750 | 0.294 | 560 | 10 680 | – | 17.2 | | – |
| 9.0° | 495 | 7 750 | 1.84 | 530 | 10 480 | 26.0 | 17.5 | | 600 |
| [illegible] | 452 | 7 750 | 2.06 | 400 | 10 330 | – | 17.5 | | 960 |

[illegible]$^{0}$ = 1.37 theoretische Rohrmenge bei 6° = 10 570 = 424 m³/h

1.37 .31.5


Pressure Drop, psi
0
200
400
600
800
Pressure Drop, psi
0
200
400
600
800
Pressure Drop, psi
0
200
400
600
800

420

411

| Ch. W. | FD - Büro |
|---|---|
| Eing. 24. FEB. 1942 | |
| Nr. | M. / B. / Pag. |

Bauabteilung
z.Hd. von Herrn Obering. Dr.Dörring
Bu 139.

Herrn Dir. Dr. Baumann

II/45o 23.Februar 1942

**Ölabeitsgruben für die Kompressoren im Rohrkanal auf der Südseite des Baues Bu. 442.**

Beigefügt übersende ich den Feuerbericht Nr. 3 des Herrn P a s s i n g e r über den Brand vom 20.2.42 im Rohrkanal auf der Südseite des Baues Bu. 442. Gebrannt hat es in den Ölabeitsgruben für die Ölabscheider der Kompressoren. Da im Rohrkanal zahlreiche Gasleitungen mit sehr feuergefährlichen Gasen verlegt sind, halte ich es für vollkommen abwegig, daß diese Ölabeitsgruben im Rohrkanal selbst angelegt sind. Es ist unbedingt erforderlich, daß diese Ölabeitsgruben außerhalb des Rohrkanals in die Straße dort verlegt werden. Diese Verlegungsarbeiten sind im Hinblick auf die tödlichen Unfälle Ende des vor.Js. so vordringlich, daß sie mit aller Erschöpfung sofort in Angriff genommen werden müssen. Den übersandten Feuerbericht erhalte ich wieder zurück.

Grüger

Bu 200, 210, 214, 400, 450.

[illegible]

Turm: Wasserverdampfer [illegible]

240 φ 30 m lang

Q = 45 gpm. Gesamtmenge [illegible]

= 1,85 lb/sec = 4 gpm

1 Rohrheizkörper mit 2L 7000 kcal/m² [illegible]

4900/850 = 6 Rohrheizkörper [illegible]

mit 46,1 m² [illegible]

Wassermenge: 1 min 12,5 l/gpm [illegible]

Überlaufgemenge [illegible]

7900/7 = 1110 l/tag [illegible]

305 l Wasser [illegible]

max 245 - 45 = 41 gpm

eff. für 24 Std. 80 l

bei 9 Std. 720

eff. Wassermenge in jeder Zelle [illegible]

theoret. Wassermenge [illegible]

Partikeldl. 0,08 μ = 1 μ

1 l Wasser hat 6 · 0,08 = [illegible]

für 24 Std. [illegible]

für 24 Std. 168 × 1/0,08 = 1920 l Wasser

[illegible]

414 4900 [illegible] 1440

ΔP und Q [illegible]

1110 l für 1 Tag [illegible]

ΔP = 25 mm WS 45 [illegible] [illegible]

ΔP und Pumpe [illegible]

$\Delta p$ lb/sqin = $\frac{0.00517 \cdot f \cdot A_F \cdot \rho \cdot v^2 \cdot L}{D_p}$ = [illegible]

f = f Re = 14,5 = 70.

$A_F$ = 1 ⊗

ρ = Dichte lb/ft³ = 1160 kg/[illegible]

v = 1 ft/sec

L = 30/0,3048 = 100 ft

$D_p$ = 2 ft

0,25 = Korrektur für [illegible]

Korrektur für Wandeffekt: 60/700 = 0,0167

Z = Viskosität [illegible] ~ p. 31

$Re = \frac{D_p \cdot v \cdot \rho}{Z}$ = [illegible]

also $\Delta p = \frac{0.00517 \cdot 70 \cdot 1 \cdot 0.072 \cdot 1 \cdot 100}{2}$ [illegible]

= 0,[illegible] lb/sqin = [illegible]

230 [illegible]

Eing. 17. JULI 1941
Nr. [illegible]

Herrn Dir. Dr. Bauman

425

XI/421c/HU 442

Köln, den [illegible] 1941

Termine für die Wasserwäsche HU 442.

Oelwäsche 2 — Es fehlt 1 Abscheider, [illegible] Anfang August. Die Rohrleitung wird so verlegt, daß [illegible] gefahren werden kann. Die Schaltung der Oelwäsche ist [illegible] für die Schaltung [illegible] elektrische Anschlüsse [illegible] seite erfolgen. [illegible] bis zu diesem [illegible] raum wöchtl. nicht fertig ist, wird [illegible] Kabel von der Gatt[illegible] (1. Ausbau) [illegible]

Termin: 10. August

Wasserwäsche 3 } Es fehlen alle [illegible]
Oelwäsche 3 } [illegible] Pläne [illegible]
Zugesichert [illegible]
Material [illegible]

Termin: 10. Oktober

Wasserwäsche 4 — Termin: 20. [illegible]

Wasserwäsche 6 — Es fehlen 2 [illegible] fertermin 1.8.[illegible]
[illegible]-Behälter von [illegible] bekannt. [illegible] und Felder ([illegible]) [illegible]
Die Zeichnungen für die Fehlen[illegible] fertig, [illegible]
Termin: [illegible]
Fortschrittsmeldung: [illegible] aufgestellt 130.[illegible]

425 -2-

Wasserwäsche 7 — Termin: 1.[illegible] ([illegible] gekoffe[illegible] geschlossen werden).

Voraussetzung für die [illegible], daß die von [illegible] geforderten 35 Schlosser schnellstens zur [illegible] stehen und [illegible] ferner die Firma Noll noch etwa 20 Schlosser, Schweißer und [illegible] zur [illegible] lich erhält.

D.200,210,214,400,420,4210,4215,Ing.Baumann

**Chemische Werke Hüls**
Gesellschaft mit beschränkter Haftung

# Aktenmotiz Nr. 417

Abt.
Tag
Verteiler

**Betreff**

Die Konzentrierung von Äthylenoxydgas und [illegible] statt, das dem Ofengas mit vielen einzelnen Äthylenoxydgas 18 atü komprimiert wurde. Dann wurde das Komprimierte [illegible] Olwäsche (Diphenylmethan und mit 30 Mäden) zur [illegible] Ofengas vorhandenen höheren Acetylene mit Öl gewa[illegible] wurde in einer bei normal [illegible] arbeitenden Ab[illegible] 2 Stufen regeneriert, wobei [illegible] das in dem Öl [illegible] liche Acetylen, und in der zweiten Stufe mit Hilfe der [illegible] verlegung 450 Kubikmeter Äthylenoxydgas [illegible] Ofen wieder entzogen wurden. Das von dem Äthylen[illegible] freie Ofengas gelangte nun zum Gegenstrom unter 17,5 [illegible] Wasserwäscher, in dem mit Hilfe von Wasser das Äthylen[illegible] Ofengas gelöst und durch [illegible] Entspannung der [illegible] konzentrierter Form wieder gewonnen wurde. Es fand sich [illegible] enthielt, die nun der Weiterverarbeitung auf Acetal [illegible] wurde das angereicherte Acetylen noch einer Nachbehandlung [illegible] restrierter Schwefelsäure (96 %ig) und anschließender [illegible] unterworfen.

Der bisherige Betrieb hat gezeigt, daß in der Druckleitung der vierten Stufe der Ofengaskompressoren und der Ölwäsche Ablagerungen höherer Acetylene bilden, die, wenn sie [illegible] unter dem in der Leitung herrschenden Druck von 18 atü [illegible] entweichen Zellenzerfall bilden, was seinerseits [illegible] Acetylenzerfall gibt, als dessen Folge endlich [illegible] Ess, die an einem Explosion und schließlich [illegible] Ofengasdruckleitung führen. Die genaue Ursache, die zum [illegible] den Zellenzerfall der Ablagerungen führt, ist [illegible] bekannt. Z.B. erfolgt der Zellenzerfall bei geschlossenen [illegible] wenn man die Ablagerungen auf Temperaturen von etwa 15[illegible]

Eine Reihe von Gründen, die für den Eintritt des Zellenzerfalls verantwortlich gemacht werden können, lassen sich [illegible] wichtigsten Möglichkeiten sind folgende:

1) Elektrostatische Aufladung des trockenen Schaumes [illegible] mit anschließender Funkenbildung.

[illegible]

2) Aufgabe [illegible]
[illegible] Temperatur [illegible]
4) Temperaturerhöhung durch [illegible] Einflüsse [illegible] Dampfleitungen und sehr hohe Temperaturen [illegible]

Welches auch die primäre Ursache für den Eintritt des Zellenzerfalls sein mag, in allen oben genannten Fällen wird er dann vermieden werden, wenn man dafür sorgt, daß die Temperaturerhöhung dauernd nicht behalten wird. Tritt aus irgendwelchen Gründen doch einmal ein Zerfall ein, so wird er wegen der [illegible] Verdampfungswärme des Wassers nicht ohne weiteres [illegible] art großen Temperaturerhöhung führen, daß noch [illegible] Acetylen zum Zerfall veranlaßt wird.

Bei der bisherigen Behandlung der Acetylenkonzentrierung [illegible] infolge der zwischengeschalteten Wäsche nicht möglich, [illegible] Wasser in befriedigenden Ausmaß einzuspritzen. Es gin[illegible] zu über, als Schmiermittel Öl in die Leitungen vor [illegible] einzuführen. Das Öl löst die höheren Acetylene auf und [illegible] damit ungefährlicher. Die Ölzuspritzung stellt [illegible] friedigende Lösung dar, weil

1) Öl ein sehr teurer Stoff ist, den man [illegible] ger Menge an allen möglichen Stellen [illegible]
2) Öl ist ein Isolator, wirkt also elektrostatisch [illegible] ladungen nicht entgegen,
3) Öl besitzt nicht die Wärmekapazität [illegible]
4) Öl ist eine brennbare Substanz und in Verbindung [illegible] dem wird Öl die an sich schon verbrennbaren [illegible] gen eines Gasgemisches nur noch um ein Vielfaches [illegible] bhen (bei der letzten Katastrophe geschah [illegible] licherweise, wenn auch weniger [illegible] [illegible] zung in die Ofengasdruckleitung [illegible]

Zur Behebung der [illegible] noch bestehenden Schwierigkeiten [illegible] wir unter Berücksichtigung der derzeitigen Ofenbetriebsmontage und der für erforderlich [illegible] Zeit in [illegible] Reinigung des Konzentrierten [illegible] folgende Zwischenlösung vor:

1) Den Wasserwäscher IV wird man den [illegible] Gefälle mit Rücksichtnahme (nicht Siehe[illegible] unter organischen Reaktionsprodukten [illegible]

[illegible]

eingeschaltet [illegible] wie z.B. [illegible] Reinigung der verbrauchten Acetylene [illegible] Druck. Wegen der großen Konzentrierung [illegible] ringen Frischwasser gegenüber dem Öl [illegible] Wäscher für jede in Hüls anfallende Acetylen [illegible] sich aus. Im Wäscher wird mit Flußwasser [illegible] mit Kreiselpumpe IV auf der R-Turm IV gepumpt [illegible] das gelöste Acetylen mittels der Restkohlenwasserstoffe [illegible] rückgewonnen werden kann.

2) Die Ölwäsche wird in ihrer seitherigen Form [illegible] in Betrieb gehalten, die wird als Zwischenglied [illegible] (wegen der größeren effektiven Gasmengen, die [illegible] setzt werden können) hinter die Nachkühler 5. [illegible] Ofengaskompressoren geschaltet und arbeitet künftig [illegible] unter 8 atü. Die Regeneration des Öles erfolgt [illegible] her über Acetylene und Dimethylanilingemisch.

Die Durchführung dieses Vorschlages bietet folgende Vorteile:

1) Die Verschmutzungen in der 4. Stufe der Ofengaskompressoren, bisher verursacht durch die höheren Acetylene, werden vermieden, wahrscheinlich ganz beseitigt.
2) Der Anfall der gefährlichen festen Kolmerisationsprodukte in der Ofengasdruckleitung hinter den Ofengaskompressoren geht auf ein Minimum zurück.
3) Da von den Ofengaskompressoren aus direkt in die Ölwäsche gefahren wird, kann als Zusatzmittel für die Ofengasdruckleitung Wasser in Betracht [illegible] verwendet werden.
4) Als zwangsläufige Folge des unter 2) und 3) [illegible] ergibt sich, daß künftighin keine Schwierigkeiten [illegible] mehr werden brauchen hinsichtlich Betriebsstörungen [illegible] Zerfall der Ofengasdruckleitung mit all ihren [illegible] den Folgen (Verluste an Kondensaten, Produkt[illegible]
5) Die Ofengasdruckleitung, die z. Z. noch mit [illegible] Bau 442 führt, wird verschwinden. Das angefallene [illegible] über das Dach des Vorbaues von 442 würde [illegible] genommen werden können. Das Verschwinden der [illegible] Ofengasdruckleitung mitten durch den Bau 442 [illegible] Fortgang der Montagearbeiten in der Produktion [illegible] wesentlich erleichtern und die der aufgestellten

genommen werden können. Das Verschwinden der bisherigen Ofengasdruckleitung mitten durch den Bau 442 würde den Fortgang der Montagearbeiten in der Erweiterung von 442 wesentlich erleichtern und die dort aufgestellten bzw.

---

[illegible] [illegible]
fahr bedingen.

6) Das [illegible] [illegible] Kühler mit [illegible] bisherige Form [illegible] der Ölwäsche stark behindert war, könnte [illegible] vor sich gehen. Unmittelbar nach dem [illegible] uns sofort 3 komplette Wassersäulen zur Verfügung, d. h. wir könnten von 442 aus gesehen, die [illegible] schon Ende dieses Monats auf 8 – 9 [illegible] erhöhen. Bei der bisherigen Fahrweise (mit [illegible] vor 18 atü) wäre mit Rücksicht auf die [illegible] der [illegible] [illegible] ein Höherfahren über [illegible] begrenzten unter günstigen Bedingungen nicht vor Oktober lfd. Jahres möglich!

7) Fällt uns irgend einer unvorhergesehenen [illegible] Ölwäsche doch einmal aus, so kann man [illegible] Schaltung die Produktion ohne Einschränkung weiterhin, wahrscheinlich sogar in [illegible] voller aufrecht halten. d. h. wir würden dann [illegible] sung in der 4. Stufe der Ofengaskompressoren [illegible] und außerdem wegen des größeren Wasserbedarfs [illegible] Nachreinigung in Wascher IV etwas größere [illegible] verluste in Kauf nehmen müssen, könnten [illegible] aber laufend weiter produzieren.

8) Alles in allem betrachtet, würde die [illegible] einen viel gesicherteren Betrieb als seither [illegible] lich ergeben. Vorübergehende Störungen in der [illegible] (z. B. Versagen eines Reglers oder einer Pumpe) haben seither häufig zu Produktionseinschränkungen in der Aldehydanlage geführt. Derartige Störungen [illegible] künftighin wegen der dahintergeschalteten Wasserreinigung nie mehr in diesem Maße bemerkbar machen können. Wir würden zwar insgesamt, solange wir die Wasserwäschreinigung in Betrieb halten müssen, vielleicht einen etwas höheren Acetylenverlust in Kauf nehmen müssen, doch sind wir davon überzeugt, daß [illegible] über das ganze Jahr gesehen, mit einer viel [illegible] weil konstanten, Acetylenproduktion fahren [illegible] bei derartig vorübergehenden Ausfällen an [illegible] wir es nur schon mehrfach erlebt haben, wenn die [illegible] wäsche unter 18 atü vor die Wasserwäsche geschaltet

---

[illegible]

1) [illegible] [illegible] [illegible] eingebaut).
2) Die [illegible] [illegible] etwa 10 m [illegible] und [illegible] verlängert [illegible]
3) Eine neue Wasserumgangsleitung für [illegible] Wascher IV müßte verlegt werden.
4) Hinter den Kühlern 3. Stufe der Ofengaskompressoren müßte eine neue Leitung zu den Ölwäschern und [illegible] zu den Kompressoren 4. Stufe verlegt werden. [illegible] rigen Leitungen der Ölwäsche bleiben wie bisher.
5) Die neue Ofengasdruckleitung zu den Wasserwäschern über das Dach von 442 hinweg muß angeschlossen werden. Die Leitung ist zu 80 % bereits verlegt.
6) Der Ölwäscher müßte mit Raschigringen gefüllt werden.

Insgesamt dürften sämtliche Arbeiten in etwa 14 Tagen erledigt sein können, d. h. ab etwa 20. Juni könnten wir die vorhandene Energie- und Aldehydkapazität voll [illegible] [illegible] sie auch laufend beibehalten.

Mit Rücksicht auf die vielfachen Vorteile, die die [illegible] mit sich bringt, insbesondere im Hinblick auf die [illegible] heit für Mannschaft, Apparate und Produktion, [illegible] Berücksichtigung der Tatsache, daß wir wohl nie wieder [illegible] günstigen Umständen die zuletzt gekommenen [illegible] werden (erhöhte Produktion im letzten Monat gegenüber [illegible] gemäßig vorgesehenen Leistung und Aldehydlager [illegible] füllt!) bitten wir die oben vorgeschlagene Lösung [illegible] und mit allen zur Verfügung stehenden Kräften zur [illegible] bringen zu lassen.

---

[illegible]

Betreff: [illegible]

[illegible]

Am 27.5. [illegible] Uhr [illegible] die Druckleitung [illegible] des Kompressors 3 [illegible] Temperatur [illegible] [illegible] Die Bruchstelle ist [illegible] [illegible] erhalten, [illegible] Photographie [illegible] [illegible]

Der Brand hatte [illegible] zur Folge [illegible] Herrn [illegible], [illegible]

Nach der Betriebsstörung vom 27.5.41 waren in die Druckleitung [illegible] Kompressoren [illegible] eingebaut worden, wodurch [illegible] gefährlichen Polymerisate verhindert werden sollte. [illegible] unmittelbar hinter dem [illegible] der 4. Stufe des Kompressors eine [illegible] Wasser kondensiert wird, [illegible] die [illegible], die 10 m entfernt war, [illegible] und [illegible] [illegible] [illegible] [illegible] vom 27.5. [illegible]

[illegible]

---

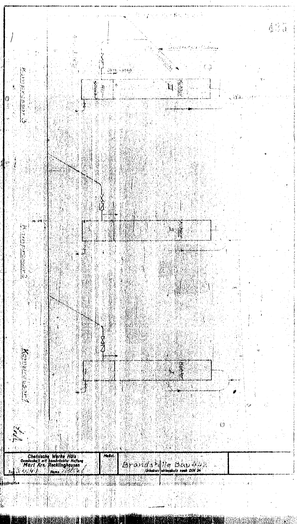
[illegible]

Als Folge der [illegible] die Ölwäsche und [illegible] [illegible] werden, auch der Wascher [illegible] ausgeräumt werden muß.

[illegible]

[illegible]

# 205, [illegible]




17/50 [illegible]

## Wochenbericht.

Personalien der Verletzten und Art der Verletzung:

Heinrich K i l l i n g, geb. 10.8.05, wohnhaft Bischofs Dienerstr. 18b (beschäftigt bei Kranführer bei den Deut. Werken Hütte in Bau 442) Verletzung an der Unfallstelle und war sofort tot.

Walter S c h u k e r t, geb. 27.12.22, wohnhaft Dorup, Dorf (beschäftigt bei der Arbeitsgemeinschaft Oesenfeld) erlitt Verbrennungen 2. und 3.Grades in Gesicht, an beiden Händen, an beiden Beinen, am Oberkörper und an den Armen. Er ist am 27.5.41 an den Folgen seiner Verletzungen im Krankenhaus Bergmannsheil Buer gestorben.

Heinrich K o s m o l, geb. 4.4.05, wohnhaft Gerrestr 1 Nordstr. (beschäftigt bei der Firma Trapmann, Gelsenkirchen) erlitt Verbrennungen 2. und 3.Grades in Gesicht, an den Armen, an den Füßen, an den Beinen, am Rücken und am Gesäß. Er ist an den Folgen seiner Verletzungen am 28.5.41 im Krankenhaus Bergmannsheil in Buer verstorben.

Wilhelm H o m u r a, geb. 5.4.04, wohnhaft Gerrestr 1 Nordstr. (beschäftigt bei der Arbeitsgemeinschaft Oesenfeld) erlitt Verbrennungen 2.Grades am beiden Händen und an Gesicht. Verbrennungen 1.Grades am Rücken und in der linken Gesäßhälfte. Er wurde ins Bergmannsheil nach Buer gebracht.

Fr. F a r w e l i n g, geb. 26.7.06, wohnhaft Dorup (beschäftigt bei der Arbeitsgemeinschaft Oesenfeld) erlitt leichtere Verbrennungen 1. und 2.Grades an rechten Handrücken und am beiden Unterarmen.

Hubert G e a i n g, geb. 26.12.26, wohnhaft Horken, Adolf Hitler-Ring 27 (beschäftigt bei der Firma Seiffert, Berlin-Charlottenbg) erlitt leichtere Verbrennungen 1.Grades am Rücken und im Gesicht.

Theodor K o h l, geb. 17.9.06, wohnhaft Essen - Kray, Fichtestr. (beschäftigt bei der Firma Seiffert, Berlin - Charlottenbg) erlitt oberflächliche Verbrennungen in der Kniekehle beider Augen.

| | |
|---|---|
| Zeit des Unfalles: | 27.5.41, 15.30 Uhr. |
| Ort des Unfalles: | Bau 442, Südseite Rohrkanal und dessen Umgebung. |

Am 27.5.41 kam es zu einem Rohrkrammall und einer Gasexplosion einer Rohrleitung, die vom Kompressor III des Bunes Nr. 442 zur Gasmischanlage in Bau 442 X führt.

Bei diesem Rohrkrammall erlitten die oben genannten die beschriebenen Verletzungen.



Bicker, Kosmol, Henter und [illegible] waren auf der Grundlage vor der Bau 442 durch Schaffung [illegible] Ausweichmöglichkeiten ein Schutzdach am Tore zu errichten. Gegen 14 Uhr arbeiteten in größerer Entfernung von der Unfallstelle und beschädigten Rohrleitungen.

Der Kranführer Killing hatte anscheinend beobachtet, daß die Rohrkrammall Schädigung war wurde und dachte, hatte einen Feuerlöscher angeforderd und war auf dem Wege zur Unfallstelle, als der Rohrkrammall erfolgte. Hierbei scheint Killing gefallen zu sein und konnte sich nicht mehr erheben. Er lag an dem Ort des Rohrkrammalbruches in etwa 15 m Entfernung von der Bruchstelle des Rohres verkeilt. Die Schwellen des Rlw verlaufenden Eisenbahngleises waren ebenfalls starke Verkohlungsspuren auf.

Bei der Gasexplosion kam es zu einer sehr starken Rauchentwicklung; Rohrleitungen in der Nähe der Rohrkrammallstelle sind verkohlt und angebrannt. Das Schutzdach über der Transformatorstation auf der Straße 4oo weist starke Verkohlungsmerkmale auf. An Rohrleitungen auf der Rohrbrücke der Straße 4oo in 3o m Entfernung von der Rohrkrammallstelle ist der Farbenanstrich abgetropft. Die Fensterscheiben des Bunes Nr. 442 über den Rohrkanal in der näheren Umgebung der Rohrkrammallstelle sind verkrannt und die Fensterscheiben des Bunes Nr. 442 und den in rund 4o m Entfernung stehenden Bunes Nr. 441 sind zerstümmert.

Der nach dem Unfall von Ing. S c h u b e r t vernommene verletzte Warneling sagt folgendes aus:

"Ich habe mit meinen Arbeitskameraden Bicker, Kosmom und Henter auf dem von uns errichteten Schutzdach gestanden, als mir plötzlich auffiel, daß eine in etwa 15 m Entfernung verlaufende Rohrleitung so dampfend anfing und heißer warm wurde. Ich rief meinem Arbeitskameraden eine Warnung zu und sprang dann vom Dach herunter. Bei den Dreondleiten kam mir ein Arbeiter mit einem Handfeuerlöscher entgegen. In diesem Augenblick erfolgte ein Rohrkrammall. Weiteres ist mir hiernach nicht mehr bekannt."

Den Unterzeichneten, der etwa 2 Minuten nach dem Zerknall zur Unfallstelle lief, kamen auf der Strasse die beiden verletzten Dicker und Schenck mit brennenden Kleidern entgegen. In Höhe des Hauses 441 wurden die beiden Verletzten dann von Unterzeichneten erreicht, der veranlasste, daß die brennende Kleidung von den Verletzten heruntergerissen wurde.

Bei der Befragung eingangs in Betrieb 442 beschäftigten Arbeiter wurde ausgesagt, daß die Verbindungsleitung zwischen dem Kompressor III und der Sammelsammelleitung kurz vor dem Zerknall noch an der Nordseite des Hauses Nr. 442 warm geworden war und daß der Zerknall an der Südseite erfolgte, während man noch an der Nordseite mit den Abspritzen und Kühlen der Leitung beschäftigt war.

Die Zerknallstelle des Rohres (Nennweite 200) liegt rund 1 m hinter einem dem Kompressor III nachgeschalteten Kühler, hinter einem Absperrventil und einem Rohrschieber und rund 5 m vor einer Einspritzstelle in die Sammelleitung der verschiedenen Kompressoren. In 5 m Abstand von der aufgeplatzten Rohrstelle ist in die Sammelleitung eine Einspritzstelle für Kühlmittel eingebaut. Das Rohr ist nicht an einer Schweißnaht sondern in vollem Querschnitt gerissen. An der Rißstelle ist anscheinend sinngemäß eine Ausbeulung entstanden, die dann unter meßerschwerten Ausziehen des Rohrwerkstoffes aufriß.

Für die Ursache der Explosion und der Unfälle ergibt sich folgende Erklärung:

Der Zerknall des Rohres und die Explosion des nach dem Rohrzerknall austretenden Gases erfolgten vermutlich durch im Gas entstandene und unter starker Wärmeentwicklung wieder zerfallende Stickstoffverbindungen verursacht. Dieser Betrieb in ihrer Zusammensetzung noch nicht genau bekannten und unerwünschten Nebenprodukte entstehen spontan unter starker örtlicher Erhitzung der Rohrwandungen zu Verfallen, wobei es infolge der hohen Temperatur zu einem Platzen des Rohrwerkstoffes und hierauf infolge des Innendruckes zu einem örtlichen Ausbeulen und zu einem Aufreißen des Rohres kommt. Diese Erscheinungen hatten bereits in einigen früheren Fällen zu Unfällen



[illegible] Erfahrungen [illegible] daß die Entstehung von Stickstoff der Nebenprodukte verhindert werden kann, wenn das das durch Einspritzen von Wasser oder einem anderen Kühlmittel im gegenstand heruntergekühlt wird. Es wurden daher nach dem letzten Rohrreißer in Mirs da. Je. in der Gasleitung; mehrere Einspritzstellen für die Kühlmittel geschaffen und der Betrieb nach Durchführung dieser Maßnahmen in den abgelaufenen 2 Monaten einwandfrei gefahren. Die erste direkt Einspritzstellen lag bei der beschädigten Rohrleitung rund 1 m hinter dem dem Kompressor nachgeschalteten Kühler und rund 9 m hinter der Rißstelle.

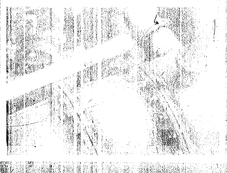
Es war nicht zu erwarten, daß es im diesem nur 1 m langen Rohrstück noch zu den beschriebenen Zerfallserscheinungen kommen konnte, da Wasser im Kühler Kaltes eingespritzt wird und die Rißstelle nur 1 m hinter diesem Kühler liegt.

Zur Sicherung Verhütung ähnlicher Vorfälle wird man nun an jeden Kompressor unmittelbar hinter dem Kühler direkt Kühlmittel in die Gasleitung einspritzen.

Unfallschutzstelle

[illegible]

[illegible] 110, 120, 200, 210, 400, 410, 150, 160, 700, 800, 6171, 7160, 6012, 6013, Berufsgenossenschaften, Ind.Kreis, Bergwerksberufsgen., 430 Dr.



Chemische Werke Hüls
Gesellschaft mit beschränkter Haftung

**Aktennotiz** Nr. 9 . 4 . 1941

Betreff

Abt.
Leg.
Verteiler

434 Herrn Dr. Bauemann

Als ich gestern [illegible] chemische [illegible] Auswirkung der Kleiner [illegible] Kühlwasserleitung [illegible] Die Leitung [illegible] [illegible] Flüssigkeit, aber trockenes Salzes, bildete [illegible] von Flüssen gänzlich frei. Während der Tests, in [illegible] geführt war, wurde eine Erhöhung des Druckes auf [illegible] In den nun der Leitung im [illegible] Bereich [illegible] gegen vor entwickelt viel Wasser entwickelt.

Es ist erstaunlich, wie der Zustand der Leitung sehr [illegible] Es ist anzunehmen, daß die Leitungsstörung die [illegible] [illegible] [illegible] bewirkt haben. [illegible]

Ferner wurde der Bindedraht am Ende der Kühlwasserleitung [illegible] [illegible] Bestätigung der Leitung abgebaut. Es sollte [illegible] dieser Leitung mit Bestimmtheit auf die einzige Verwendung [illegible] Behälterwandungsgewicht [illegible] worden. Die Leitung [illegible] [illegible] Es in einem sehr guten Zustand. Mit [illegible] [illegible] [illegible] ist Dual bewährt; irgendwelche größere Reparaturen [illegible] kommen auch an Boden der Leitung nicht feststellbar [illegible]

Die Arbeiten wurden beobachtet von den Herren [illegible] Dr. Schilling, Dr. Maier, Dipl. Dr. Bolcher, [illegible]

---

II/4213

**Zwischenbericht**

Marl, den 24.4.41 W

| | | | | |
|---|---|---|---|---|
| | FAB | LA | LAV | LA |
| 26. APR. 1941 | | | | |
| Dez. | | | | FAV |

Ort: Mannesmann Röhrenwerke, Duisburg.
Zeit: 21.4.41

anwesend: Obering. Henke, Mannesmann, Tel.Duisburg 50541, Haus-Nr.246

Dr. Schilling Ch.W.H.
Dr. Dagger "
Ing. Bergmann "

Herr Henke sagte zu, den 1. Ölmascher Kom. 22241/40 bereits am D. = 10.5.41 (anstatt 15.5.41) zur Abnahme zu bringen. Der zweite Ölmascher folgt ca. 14 Tage später.

gez. Bergmann

§ 210,400,420,450,4213

---

I/510

Herrn Dr. Bauemann

Marl, den 24.April 1941

Aktennotiz.

Betrifft: Aufstellung der neuen [illegible]

I/210

Herrn Dr. Baumann

Eing. 24. APR. 1941

Aktennotiz.

Betreff: Aufstellung der neuen Schwefelsäure-Nachreinigung, Ba

In einer Absprache zwischen Dr. Baumann (zeitweise), Dr. Döring, D.I. Grosser, D.I. Ziehm und Dr. Schilling wurde folgendes vereinbart:

1. Es werden nur die Fundamentsockel und Pumpenfundamente und der mittlere Ablaufkanal geplättelt. Die übrige Tassenfläche erhält einen Bitumenglattstrich. Der Bitumenglattstrich wird erst nach Beendigung der Montage aufgebracht.
2. Die gesamte Fundamentgrube wird etwa 1 m aufgeschüttet, damit wir für das Abwasser natürliches Gefälle in den Fabrikations-Abwasserkanal zur Verfügung haben.

Die Bauabteilung wurde darauf hingewiesen, daß die neue Schwefelsäurereinigung für das Verfahren der Aldehydproduktion 1. August 1941 benötigt wird. Ohne die neue Schwefelsäure-Nachreinigung ist ein Höherfahren der Bunafabrikation, wie für die Monate Juli u. August vorgesehen, nicht möglich. Dr. Döring gab als Termin für die Fertigstellung der Bauarbeiten drei Monate an. Das würde bedeuten, daß mit der Montage der Türme und Rohrleitungen erst ab 1. August begonnen werden könnte, sodaß die Schwefelsäure-Nachreinigung nicht vor 1. Oktober in Betrieb genommen werden kann. Da dieser Termin aus den obengenannten Gründen nicht tragbar ist, wurde Herr Dr. Döring gebeten, die Arbeiten in zwei Schichten – gegebenenfalls durch Einschaltung von Nachtarbeit – die Bauarbeiten so zu beschleunigen, daß diese möglichst bis in der 2. Junihälfte beendet sind, sodaß spätestens ab 1. Juli mit der Rohrmontage der ersten Wäscher begonnen werden kann. Es soll versucht werden, die Arbeiten der Bauabteilung so einzurichten, daß die Aufstellung der Schwefelsäurewascher möglichst schon vorher durchgeführt werden kann. Die Schwefelsäurewascher und Lagerbehälter für Schwefelsäure sind ab Ende Mai für die Montage verfügbar.

D. 200,210,214,400,420,410
421c,4213,D.I.Ziehm

---

II/4212/Hü 442 X

TD-Büro
22. APR. 1941
H. B. Reg.

Marl, den 21. April 1941

Aktennotiz

Herrn Dr. Baumann

Betr.: Besprechung am 19.4.1941

Teilnehmende Herren: O.I. Dr. Beckmann
Dr. Baumann
Dr. Schilling
Dr. Haberl
D.I.Stolzer
Ing.Bergmann
Ing.Baumbach
Ing.Klesel

Entgegen der in der Besprechung am 20.3.1941 festgelegten Fahrweise – s. Aktennotiz vom 20.3.1941 – soll nun der Ölwascher weiterhin unter Druck gefahren werden. Bei Durcharbeitung der Rohrpläne ist auf Anbringen von entsprechenden Anschlußstutzen auf eventuellen späteren Umbau der Ölwascher zum drucklosen Fahren Rücksicht zu nehmen.

Herr Dr. Baumann wünscht, daß die Ölwaschkolonnen später aus dem Gerüst ausgebaut werden können. Der Ausbau ist nur möglich nach Auswechseln der Träger.
Ob die Wascher umgelegt werden können, ohne mit der Rohrbrücke zusammenzustoßen, muß noch geprüft werden. Wir werden beim Verlegen der Sammelleitungen auf diesen Wunsch Rücksicht nehmen.

Klesel

D. 200,210,4214,400,420,421c,4213,426c,4226,4212x2

---

Herrn Dr. Baumann

Aktennotiz.

Betreff:
Kondensationsversuche beim Betrieb des Ölwäschers der [illegible] Anlage mit Wasser

Da es sich gezeigt hat, daß sich das konzentrierte Rohacetylen durch Wasserwäsche so weit reinigen läßt, daß es zur Aldehydherstellung brauchbar wird, ist nach Wiederinstandsetzung des Ö[illegible] im Februar 1941 versucht worden, den Ölwäscher mit Wasser zu befahren.

Durch den Ölwäscher wurden 30, 54 bzw. 80 cbm Wasser pro Stunde geschickt und das Wasser sodann mit dem vorhandenen Blase[illegible] Acetylen- und Diacetylenausgaser ausgegast. Es wurde [illegible] das Gas von ca. 4 Lichtbögen gefahren. Es zeigte sich, daß die Art der Reinigung auch nach Zwischenschaltung einer Schwefelsäurewäsche für die Aldehydherstellung bei weitem nicht ausreicht. [illegible] der üblichen Prüfung mit der Laboratoriumsaldehydapparatur trat außerordentlich rasch (schon nach 1/2 Stunde Betriebsdauer) Verfärbung der Kontaktlösung ein. Die vorgeschaltete Schwefelsäurewäsche, die aus zwei Türmen mit Glasfritten, gefüllt mit je 50 ccm konz. Schwefelsäure, bestand, erwärmte sich auch nach Vertrocknung des Gases über Chlorcalcium außerordentlich stark. Durch Verharzung der Schwefelsäure trat schon nach Durchgang von ca. 59,1 Gas Verstopfung der Glasfritten ein.

Das Ausgasen des Waschwassers war in allen Fällen vollständig. Wenn der Schieber zum Acetylenausgaser geschlossen wurde, war in dem den Diacetylenausgaser verlassenden Wasser keinerlei Acetylen [illegible] nachzuweisen. Dagegen schieden sich im Ölwäscher nach ca. [illegible]tägigem Betreiben mit Wasser soviel braune Polymerisate ab, daß ein anschließendes Fahren des Ölwäschers unmöglich war. Der Ölwäscher mußte erneut gereinigt werden.

Die Kondensation der Acetylenhomologen wurde in der [illegible]

---

tur durch Kondensation in einer Eismaschine [illegible] des Kondensates bei -20° durchgeführt. Bei einer [illegible] Wäsche im Durchschnitt gefundenen Kondensatmenge von [illegible] pro cbm konzentriertes Rohacetylen wurden folgende Kondensatmengen nach Betreiben des Ölwäschers mit Wasser gefunden:

| Kondensationszeit | Durch die Kondensation gehende Gasmenge | Durch Tiefkühlung [illegible] | Kondensierte Gasmenge | Kondensatmenge | Kondensatmenge pro [illegible] | Kondensationstemperaturen min. | Kondensationstemperaturen max. | [illegible] pro 1 ccm Kondensat | Gehalt | Mittl. [illegible] | Wassermenge im Ölwäscher | Bemerkungen |
|---|---|---|---|---|---|---|---|---|---|---|---|---|
| 5 3/4 Std. | 500 l | 482,5 l | 17,5 l = 3,5 % | 25,0 ccm, $d_{-20}$ = 0,772 | 170 ccm = 131,2 g | -20,7° | -20° | [illegible] | 30 % | 27,2 | 30 dm³/Std. | |
| [illegible] Std. | 850 l | 779,5 l | 70,5 l = 8,3 % | [illegible] ccm, $d_{-20}$ = 0,784 | 152,9 ccm = 119,9 g | -20,7° | -20° | [illegible] | 32 % | 27,7 | 32 dm³/Std. | |
| 8 Std. | 880 l | 853,6 l | 26,5 l = 2,4 % | 92,3 ccm, $d_{-20}$ = 0,756 | 152,9 ccm = 115,1 g | -21° | -20° | [illegible] | 25 % | 27,4 | 25 ccm/Std. | |
| 7,2 Std. | 913,7 l | 855,2 l | 58,5 l = 6,2 % | 110 ccm, $d_{-20}$ = 0,752 | 154 ccm = 115,8 g | -20,7° | -21,5° | [illegible] | 22,4 % | 27,0 | 30 dm³/Std. | Schieber zum Acetylenausgaser gesperrt |
| 7 Std. | 793 l | 845,3 l | 58,5 l = 7,3 % | 110,3 ccm, $d_{-20}$ = 0,744 | 150 ccm = 116 g | -21,5° | -21° | [illegible] | 18,1 % | 35,4 | 54 ccm/Std. | |

Die Abnahme der Kondensatmenge beim Betreiben der Maschine steigender Wassermenge zeigt beiliegende Kurve.

A Riestner

§ 110, 200, 210, 212, 11.

441

Merl, den 21.März 1941/Sp.
TG-Dr.Bmn.

Aktennotiz.

Betrifft: Hr 441.

Bei der Umstellung in Bau Hr 441 Mitte März. 1941 sollten in die Druckleitung hinter den Kompressor bis zum Ölwascher 3 Düsen zur Einspritzung von Öl in das Gas angebracht werden. Am 19. abends stellte sich heraus, daß eine vierte Düse auf der Saugseite der 4.Stufe des Kompressors 3 angebracht war. Eine Betätigung dieser Einspritzdüse hätte einen Flüssigkeitsstreichig auf der 4.Stufe des Kompressors und damit eine Zerstörung des Kompressors mit sich gebracht.

Am 20. vormittags wurde auf meine Anfrage bei der Ingenieurbesprechung in Hr 441 von Meister Böhm gesagt, daß Dr.Schilling diese Einspritzleitung auf der Saugseite der 4.Stufe gewünscht habe.

In einer Besprechung, in der die Herren Dr.Schilling, Dr.Heberl, Dr.L.Grosse und Ing.Bergmann zugegen waren, äußerte sich Dr.Schilling über diese Einspritzleitung so, daß er diese nicht verlangt habe.

Ich sagte darauf in wörtlich folgendes: "Es scheint nicht festzustellen zu sein, wer diese Leitung angeordnet hat. Sowohl Dr.Ringle, der diese Leitung bestellt hat, als auch derjenige, der die Leitung ausgeführt hat, verstehen von Betrieb von Gaskompressoren nichts." Von meiner Seite wurde weder ein Schlosser noch ein Ingenieur hierbei persönlich genannt.

442

II/4212/Hr 442 Merl, den 20. März 1941 Sp.

Besprechungsbericht.

Zeit 15-21h.

Teilnehmer: Herr Dipl.Ing. Drecker
" " " Reichhardt
" " " Stelzer
" Ing. Bergmann
" " Neumann
" " Fiesel

Die über den Vorbau von 442 führende Rohgas-Druckleitung wird überholt der 1a m-Ofen des Apparatengerüstes verlegt. Die Leitung soll schon morgen direkt vom Ölwascher, wobei ein tangentialer Abgang der Rohrleitungen gewünscht wurde.

Das Acetylengas geht von den Vorkompressoren HV 22 auf eine Sammelleitung, von dort zu den Ölwäschern, von den Ölwäschern über die NH3-Kühler, die in Apparatengerüst Anbau auf der 1,1 m-Bühne aufgestellt werden. Es muss noch geklärt werden, ob wir die NH3-Kühler schalten. Vorgesehen Kühlern geht das Gas über die Schwefeleisen- und Laugenabscheidung in den Gas.

Das Waschöl wird von Ölumwälzbehälter über die Ölwäscher gepumpt, muss dann durch neu zu beschaffende Pumpen auf den Angasturm gedrückt werden, um von dort zum Ölumwälzbehälter auf der - 3m-Sohle zu laufen. Der Entgasungsgebläbehälter auf der 1,1 m-Bühne wird nicht mehr aufgestellt.

Die Tauchtöpfe sollen nicht mehr in Apparategerüst stehen. Zur Standort ist durch eine Ortsbesichtigung festzulegen. Die Töpfe erhalten Entlüftung über Dach, wie ursprünglich vorgesehen war.

Die Rest-Kohlenwasserstoffleitung 30 Gas soll, da drunten, nur zwischen 2 Systemen abgeschiebert werden.

Fiesel

D.3ooo,710,4oo,42o,4210,(21),4260,4226,4212.

443

Herrn
Dir.Dr.Lappe
Hr 441

TG-Dr.Bmn. 14.3.41/Sp.

Sehr geehrter Herr Direktor!

Wir hatten in diesem Monat leider 2 sehr unangenehme Brände in der Acetylenkonzentrierung. Es war in beiden Fällen so, daß die Lichtbogengeschichtung unter 18 mit war der Ölwäsche plötzlich so stark erhitzt wurde, daß sie anfing, wobei die entwickelnde Gase in Brand gerieten. Es erhöhten den Vorgang bei, daß höhere Acetylene, die bei der Polymerisation oder beim Aufreffen von Lesen Schwefelperlen und dergleichen auf das Polymerisat Stoffe entwickeln, und dabei das Acetylenverfall steigerten. Die Brände waren in beiden Fällen sehr heftig, Personenschaden trat glücklicherweise nicht ein.

Der Vorgang ist früher wie in Hüls nicht aufgetreten, weil infolge mangelhafter Bestätigung des Kondensatorin Tassen, und Düse hinter dem Kompressor die Kühlung immer feucht gehalten war. In dem Schmierölhinter dem Kompressor sammelt viel Acetylenmenge enthält, die leicht polymerisieren und die Ölwäsche (Gasreinigungsanlage) verstopfen, haben wir dafür gesorgt, daß das Kondensat hinter dem Kompressor ständig abgeschieden wird. Ihr werden in der Mitte Oktober Ende wieder in Betrieb sein und zur Verwendung Ähnlicher Vorfälle in die Druckleitung hinter dem Kompressor Gasöl und hinter der Ölwäsche Wasser eindüsen, um die Leitung stets feucht zu halten.

Wie oft Schwankungen in Betriebsgang, sei es durch variierendes Acetylenoder Sauerstoffgehalt an der Brennerstelle beteiligt sind, wissen wir leider nicht, weil die hierfür geplanten automatischen Analysengeräte noch nicht in Betrieb sind. Unsere Betriebschemiker hat hierfür immer noch nicht das notwendige Personal.

- 2 -

444

Herrn
Dir.Dr.Lappe

TG-Dr.Bmn. 14.3.41 Sp.

Der durch den Brand verursachte Produktionsausfall von Hüls hat in Berlin viel Staub aufgewirbelt. Ich habe daher Herrn Dir.Dr.Jebsen nochmals unsere Schwierigkeiten geschildert und ihn dabei auch unsere Personalsituation besonders auf der Seite unserer Betriebschemiker mitgeteilt. In die Möglichkeit besteht, daß diese zugleich mit über Herrn Prof.Dr.Krauch an die herangetragen wird, bitte ich sich für wenigstens, die weiter hierzu zu unterstützen. In den Gedanken die Dauerregung als eine der wahrscheinlichen Grundsätzen Aufgaben betrachtet, ist es möglich, daß von Berlin aus vorgegangen werden, das Werk auf jede Weise zu unterstützen. Wir können die Produktion hier bei den Kapazitätsverhältnissen der sowie, mit den bisherigen sozusagen erhängenden Betriebe nur dann durchhalten, wenn die an Berlin aus wiederholt erfolgend von uns gemeldeten Personalanforderungen erfüllt werden. Hierfür müsse wir, wenn der Bau tatsächlich zu kriegswichtig ist, nach meiner Ansicht auch geeignete Leute von Bezirksdienst freimachen können. Beispielsweise ist es mir bis heute noch nicht gelungen, die von Ihnen für Hüls zur Verfügung gestellten Herren Dr.Lemmo und Dr.Schlosser für Hüls freimachen.

Ich hoffe, daß es Ihnen persönlich gut geht und verbleibe mit

sehr ergebenen Grüßen und

Heil Hitler!

Herrn
Dir.Dr.Jebsen
Hr 441

TG-Dr.Bmn. 13.3.41/Sp.

Herrn
Dir.Dr.Ambros
Ia 1

TO-Dr.Bmm. 12.3.41/Sp.

Anlagend übersenden wir Ihnen eine Aktennotiz über den Brand in der Acetylenentwicklerstation am 10.3. Die Ursache dieses Brandes war auch bei uns und U.S. bis nach unserer jetzigen Aufforderung einstweilig vermutlich durch Bilden Acetylene, die bei der Polymerisation oder beim Aufpressen von Acetylen Schwierigkeiten mit Gerüchen auf den Polymerisat Bäume entwickelt und einen Acetylenverfall machten. Wir hatten diese Erscheinung früher nicht, weil das temperierte Kühlwasser merkliche Mengen an Wasser, U und diesen höheren Acetylenen gelöst mit sich führte und die Bildungen binden hilft. Nun führte eine Verunreinigung der Kühlerin in Bunsfeld. Bei dieser Verunreinigung an verunreinigt haben wir eine ungefähre Abscheidung der Bäume den temperierten Kondensaten Bestandteile abgeschieden. Wie Sie aus der Aktennotiz ersehen, glauben wir, daß bei einer Bunsfeldung der Bäumen die Ursachenmache Gerüchen werden kann.

Die Brände waren so heftig, daß sie in der 10 min. Leitung aufkamen, auf die die Kompressoren anhängen weiterarbeiteten, bis sie abgestellt waren. Infolgedessen entzündeten sich über den Brandherd die Gummiisolierungen Kondensat mit ihren giftigen Dämpfen. Beide Male war es ein großes Glück, daß kein Feuer- und Leib Personenschaden entstanden.

Die Frage der Behebung der Störungsursache stellt in der Aktennotiz beschrieben. Der Gleichrichter Tag hat nach unserer Auffassung den Kompressor vom Tagesgang die Entzündung. Dieser ist jedoch, anhängt wie die Acetylenentwicklung mit der Gleichrichter verschlossen, nicht geschlossen, da bisher eine Ursache vermutet, die die Polymerisation im Gleichrichter beschleunigt, und diesen wohl auch noch wieder unter Betrieb setzen würde. In anderer Tag hat das Kompressor von U.S. in die Leitung von dem Gleichrichter und von Bunsen in die Leitung hinter dem Gleichrichter. Wir halten dieses Verfahren

- 2 -

Herrn Dir.Dr.Ambros
Ia 1

TO-Dr.Bmm. 1.3.41 2

für nicht so betriebssicher wie das erstere, müssen es aber anwenden, um wieder reproduzierbare gefahrlose Verhältnisse zu bekommen. Das zweite Verfahren hat insbesondere bei Ausfallen eines Brandes den Nachteil, daß Acetylen über Kondensate, dessen Löschung wesentlich schwieriger ist, als die eines Gasbrandes. Eine dritte Möglichkeit bestehende darin, daß man von den Kompressoren direkt auf die Gasverbrauchs Stäbe und die Gleichrichter im konzentrierten Acetylen direkten verwendet. Wir prüfen zur Zeit, wie wir eine solche Umschaltung zweckmäßig vornehmen können, die erforderlich auf alle Fälle einen geschwärzen Leitungsumschluß.

Nach den heutigen Stande werden für die Leitungsumschlüsse, die notwendig sind, um eine möglichst einfache Gestaltung und damit virtuosvolle Überwachung der Betriebsbeide zu ermöglichen, nicht die ursprünglich vorgesehenen 2 Tage notwendig sein, sondern voraussichtlich 3 Tage, sodaß die Wiederaufnahmeinsatz Mittwoch der 19.März in Frage kommen. Die Lange Zeit ergibt sich hauptsächlich dadurch, daß ziemlich viel Flanschen beseitigt werden, die zum angefertigt werden müssen, und daß außerdem die Umschaltung durch die Zusammenmontage einer Stelle und mit einer Neuanlage geschlitzt werden muß. Wir sind selbstverständlich bestrebt, den Termin nach Möglichkeit abzukürzen. Nachdem die Anlage 3 Tage lang auf Vollproduktion gefahren ist, müssen wir nochmal abstellen, um an Betriebsfirma, a an der Behebung der geschilderten Verhältnisse einzusetzen zu können.

Zur Zeit fahren wir in der Polymerisation und Aufarbeitung noch mit 2 Schichten, um dann einen auf Basis 2 das andere auf Basis 10 Std. Stoßbetriebsbetrieb eine Produktion von ca. 40 to Imm. pro Tag. Dann wir auf 50 to Imm. Produktion sollen, benötigen wir für die Zeit bis zum Wiederingangnahme der Aldehyd- und Ätzkalkerzeugung täglich von außerhalb 117 to Acetylen und etwa 20 to Ätzkalkmassel. Wie sich in dieser kurzen Zeit den Acetylen dieser Aldehyd- und Ätzkalkerzeugungen von außerhalb bei den heutigen Transportverhältnissen gestaltet, ist schwer zu übersehen. In Prinzip, daß der täglic Tagesbedarfsgesch steht verfügbar ist. Wir Zeit Jagers hier etwa 250 to Acetylenbedarf. Die Verfahren des dritten Systems ist daher vorerst nicht möglich.

- 3 -

Herrn Dir.Dr.Ambros
Ia 1

TO-Dr.Bmm. 13.3.41 3

Ich darf Ihnen versichern, daß alle an der Acetylenanlage Beteiligten hier sehr deprimiert sind, daß durch diese Betriebsstörungen keine verhältnismäßige Produktion erzielt werden kann. Andererseits kann ich Ihnen aber auch versichern, daß wir hier sowohl auf der Ingenieur- als auch auf der Betriebsseite alles daran setzen, um möglichst rasch wieder in Betrieb zu kommen. Leider ist der Betriebspersonal in der Acetylenherstellung teilweise unzuverlässig geworden. Die Abwanderer sind fast die ganze Zeit im Betrieb (Dr.Schilling und Dr.Kohnel), und die Schichtmeister arbeiten seit einem halben Jahr so oft als die 12 Stunden Dienst tun und 12 Stunden Pause haben. Auf diese Weise haben wir sozusagen 2 Meister auf Schicht. Dem Betriebspersonal fehlt weiterhin auch jegliche Erfahrung. Der Zugang von neuen guten Betriebsangestellten ist sehr unbefriedigend. Wir kommen alles, um durch Anfertigen von Listen und Meldungen an alle möglichen Stellen, insbesondere auch an die Reichsamt, in der Personalangelegenheit endlich einmal über den Berg zu kommen. Im war bisher fast stets erfolglos. Hinzu kommt noch, daß durch die mit dieser ewigen Personal- und Materialknappheit zusammenhängenden Schwierigkeiten wegen der dauernd vorkommenden Störungen die Betriebsbereitschaft teilweise Personal entzogen wird, und für vorübergehende wichtige technische Aufgaben entsprechend ausfällt. Dies gilt nicht nur für Dr.Bodmann und für mich, sondern auch für die Abteilungs- und Betriebsleiter. Nach meiner Auffassung hat uns das bisherige Personalangelegenheit bisher wenig unterstützen können.

Daß Sie Ihnen jetzt ein großer Engpass eintritt, hat man in Berlin schon vor einem halben Jahr vorausgesagt. Das Reichsamt hat es aber trotz unserer dauernden Vorstellungen unterlassen, uns rechtzeitig mit genügenden, brauchbarem Personal zu versorgen. Wir wir ein halbes Jahr früher in Betrieb gekommen wären, so lägen die heutigen Betriebsschwierigkeiten in der Acetylenanlage wahrscheinlich hinter uns und wären nicht in der Zeit einer Bombenangriffs Verdunkelung eingetreten worden. Offenbar hat man dort unsere Vorstellungen in Berlin wegen Material und Personal nur für übertriebene Bescheidenheit von uns gehalten.

- 4 -

Herrn Dir.Dr.Ambros
Ia 1

TO-Dr.Bmm. 13.3.41 4

Besonders schlecht liegt die Personalfrage bei unserer Betriebsmeisterei. Wir haben gerade bei der Acetylenanlage zur Übernahme des Prozesses verschiedener automatischer Analysenschreiber und Temperaturaufzeichnungen in Acetylen vorgesehen, die infolge Mangel an geeigneten Personal bei der Betriebsmeisterei nicht eingebaut ermöglicht betrieben werden können. Zur Überwachung des Betriebes mit entsprechenden Handmessgeräten wäre ein weiterer Ich von eingearbeiteten Laborantinnen notwendig, über den wir ebenfalls nicht verfügen. Wir haben also in diesem Betrieb tatsächlich nur ein Glück, ohne über die Betriebsvorgänge in einigermaßen unterrichtet zu sein, in Gefahr zur dringend notwendig, daß uns unserer Betriebsbereitschaft bei 10 Arbeiter überwacht, von denen 10 für die Instandhaltung einzelner Anlagenteile verwendet werden können und 16 als Transportarbeiter in Frage kommen.

Es liegt nahe zu, die Störungen an der Acetylenanlage zu beschleunigen, dadurch daß für die damit verbundenen Personalschwierigkeiten ersetzen. Dadurch wird aber auch Verständnis für unsere Lage auf der Personalseite haben, denn wir wir alles in unserem Möglichkeiten, um die technischen Betriebsschwierigkeiten zu überwinden und die vorlegende Produktion zu erzielen.

Mit einer ergebenen Grüßen

Chemische Werke Hüls
Gesellschaft mit beschränkter Haftung

Feuerbericht Nr. 11

Gruppe V
Westfalenwacht

Tag Montag, den 10.3.41
Herrn Dr. Ehrenberg

Bau-Nr. 242 Betrieb Acetylenanlage Sprung

Gemeldet durch Fernsprecher, Betriebsfeuerwehr 3333

Ausgerückt waren

| Tag | Brand | Hilfe | Alarm | | | Dauer der Arbeitszeit |
|---|---|---|---|---|---|---|
| | | | | | | |

In Tätigkeit waren

| Mannschaften | Kraftfahrzeuge | Gerätewagen | Tragkraftspritzen | Leiter | Rauchgeräte | Gerätewagen Gas |
|---|---|---|---|---|---|---|
| | | | | | | |

**Chemische Werke Hüls** Gesellschaft mit beschränkter Haftung

# Feuerbericht Nr. 77

Gruppe V
Weißgasprache

Tag 14.11.1941.

Herrn Dr. Ehrenberg

Bau-Nr. 442 Betrieb Spezialchemie Stoffbereich

Gemeldet durch Fernsprecher, Betriebsfeuerwehr. 2333

Ausgerückt waren

| Pe-log. | Wasser-werfer | Löschzug | Fa. | Spritzen-fahrzeuge | Abfahrt | Rückkehr | Dauer der Tätigkeit St. | Min. |
|---|---|---|---|---|---|---|---|---|
| | 1 | 2 | 12 | 1 | 422 | 522 | 2 | |
| | | | | | | | | |
| Sonstige | | | | | | | | |

In Tätigkeit waren

| Pol. | Kom-mando | Kom-mando | Pol. | Pol. | Pol. | Pol. | Pol. | Sonst. Stärke | Gesamt-zahl der Mann-schaften |
|---|---|---|---|---|---|---|---|---|---|
| | 1 | 1 | | 1 | | 1 | | 1 | |
| | | | | | | | | | |
| Wasserschutzpol. | | | | | | | | | |

Brandwache Std. Min. von bis

Tätigkeit der Motorspritze I von 422 bis 522 1 Std. 55 Min.

Tätigkeit der Motorspritze II von bis Std. Min.

Tätigkeit der Motorspritze III von bis Std. Min.

Großschnaufgerät von 422 bis 422 Std. 5 Min.

---

Feuer: 4 11. 20 Uhr

Beschreibung des Feuers usw. und Maßnahmen:

Bekämpfung des Feuers:
450 durch 4 Schaumrohre kombiniert mit $CO_2$ Großschnaufgerät. (Innenbekämpfung.)

Entstehungsursache des Feuers: Explosion.

In feuersicherheitlicher Hinsicht vorzuschlagende Maßnahmen: ?

Bemerkungen:

Unterschrift:

---

Chemische Werke Hüls
Gesellschaft mit beschränkter Haftung
Hüls b.Marl.

Herrn Franz Pohlschmidt

Betr.Nr.

Unterzeichnet von Stein.

Mit der Inbetriebnahme der Acetylenanlage [illegible] und bisher nicht in Ordnung in Hüls [illegible] Acetylen [illegible] Anlagen [illegible] Anlage wird [illegible] elektrisch geleitet, in der [illegible] Acetylen [illegible] vorgenommen. Bei der Verwarmung, die zur Freiheitung [illegible] führten, hat man [illegible] Bei dieser Bei 3-5 atm. mit Gasöl durchgeführt, bei hat [illegible] Gasöl [illegible] Im Dezember 1940 [illegible] Bei der Entleerung der [illegible] Gasöl [illegible] Menge von Gasöl [illegible] wurde [illegible]

Zur Umgehung der vorgenannten Schwierigkeiten [illegible] Qualitätsöle vollständig [illegible] und dem [illegible] verfahren [illegible] Gasöl [illegible] Arbeitet, [illegible] durchgeführten [illegible] Verfahren [illegible]

Das Gasöl [illegible] in Hüls [illegible] Firma [illegible] Gas [illegible] in Hüls bereits [illegible] in Gasolauter- und [illegible]

Gesellschaft [illegible]

---

Herrn
Dr.Dr.Ehrenberg
Bo.A

TD-Dr.Bm. 6.3.41/Sp.

Anliegend übersenden ich Ihnen eine Aktennotiz über den Brand an der Acetylenanlage am 1.3.41. Die Anlage ist heute wieder mit Ölbäche und Gasreinigung wie ursprünglich geschaltet in Betrieb genommen und arbeitet nur 24h mit 3 Flammenapparaten. Folgen wird der 4.Flammenapparat dazugeschaltet.

Wie in der Aktennotiz beschrieben, sind in den Zuleitungen vor den Wasserwaschern Rückschlagventile eingebaut, die den Temperaturwächter verhindern und jede Temperaturerhöhung, massigen, indem eine Feuerlöschleitung angeordnet, die bei einem plötzlichen Temperaturanstieg einen weiteren Acetylenzufuhr durch Eingreifen von Ventil verhindert.

Wir sind um über die Ursache der Störung heute noch nicht völlig klar in der Feststellung heute sich gegraben früher Isoform einen gebildet, ob um Schäume für einige Zeit ein sehr sauerem Gas liefern, das dunklen wird Teer entzieht. Es ist möglich, daß dieses Teer hinter den Kompressor ein flüssig verschlickt und Dirlyclacetylen oder Khalichlitrat Acetylene bildet, die dann bei gesteigerter Anreicherung polymerisierten und dabei explodieren. Wir fahren nun jetzt wieder mit einem Gas von normalen spezifischen Gewicht und haben einbauen in die Zuleitung hinter den Kompressor einen großen Abscheider eingeschaltet, sodaß die flüssig ungesättigtes Dirlyclacetylen dort ausgeschaltet wird.

H. Weber

P 116/Bd.11

---

Chemische Werke Hüls G.m.b.H.
TD-Dr.Bm.

Herrn
Dr.Ehrenberg

Betrifft: Störung in der Acetylenkonzentrierung am 12.3.vormittags 6 Uhr.

Die Anlage war seit 6.3. wieder in Betrieb und lief seit 9.3. mit [illegible] ohne Störungen konstant durch. Der Betrieb der Anlage war seit [illegible] zufriedenstellend. Die Gasreinheit war so, daß eine Schweißgleichheit von 80 in Elektrolyt produziert wurde.

Durch Leserversuche wurde festgestellt, daß die Ölbäche bei 0° der [illegible] homogenen Brennkammer, der bei wird in der Schweißleitungsrohr [illegible]

Chemische Werke Hüls G.m.b.H.
TD-Dr.Bm.

Marl, den 13.März 1941/Sp.

## Aktennotiz.

**Betrifft: Störung in der Acetylenkonzentrierung am 12.3.vormittags 4 Uhr.**

Die Anlage war seit 6.3. wieder in Betrieb und lief seit 7.3. mit der Kapazität von 4 Lichtbogenöfen konstant durch. Der Betrieb der Anlage war vollständig befriedigend. Die Gasreinheit war so, daß ohne Schwierigkeit über 80 to Aldehyd produziert wurden.

Durch Laborversuche wurde festgestellt, daß die Ölwäsche 84,6% der Acetylhomologen herausnahm, der Rest wurde in der Schwefelsäurewäsche hinter der Acetylenkonzentrierung aus dem Gas entfernt.

Am 12.3.morgens 4$^{02}$ entstand ein Brand in der 18 atü Ofengasleitung an der in anliegender Skizze verzeichneten Bruchstelle. Die Brandstelle liegt auf der Druckleitung von den Kompressoren vor dem Eingang in den als Öl- [illegible] und Polymerisatabscheider neu eingeschalteten Laugenbehälter. Etwa 1 m vor der Brandstelle lag eine neu eingebaute Temperaturmeßstelle, die keinerlei Temperaturanstieg vorher zeigte. Der Brand wurde vom Betriebspersonal und von Dr.Kästner, der Luftschutzbereitschaftsdienst hatte, bekämpft, später setzte auch die Feuerwehr ein. Der Brand an der Bruchstelle war gegen 4$^{17}$ nahezu gelöscht.

Etwa 20 Minuten nach dem Abstellen war ein Druckanstieg am Entspannungs[illegible] Z 1 von der Wasserwäsche 2, der die Tauchung durchschlug. Das ausströmende Gas entzündete sich, sodaß dort ein neuer Brandherd entstand. Dieser Brand war gegen 4$^{42}$ gelöscht.

Die Besichtigung der Brandstelle ergab, daß an der Bruchstelle auf einer Länge von etwa 30 cm das Rohr aufgerissen war. Im Laugebehälter war etwas Ruß. Es wird angenommen, daß sich an dem T-Stück in der Bruchstelle geringe Mengen Polymerisat abgelagert haben. Auf dieses Polymerisat, das sehr empfindlich ist, sind Schweißperlen oder ähnliche feste Partikel gefallen (letzteres ist deshalb möglich, weil die Leitung bei a stark verengt [illegible] 150 gegen vorher 400 mm lichte Weite). Durch eine lokale Temperaturerhöhung wurde die Zerfallstemperatur des Acetylens erreicht (etwa 27% Acetylen bei 18 atm.), wodurch sofort eine heftige Temperaturentwicklung einsetzte, die das Rohr zum Durchschmelzen brachte.

Ø005,110,200,210,212,214,400,450,4210,4212,4213,11

---

- 2 -

Überraschend ist, daß diese Vorgänge erst in letzter Zeit auftreten, [illegible] dem die Anlage von September bis Februar ohne derartige Störungen lief. Das einzige, was an der Anlage in dieser Zeit abgeändert wurde, ist, daß eine Abscheidung des hinter dem Kompressor ausfallenden Kondensats eingebaut [illegible] Dieses Kondensat besteht aus Wasser, Schmieröl und den im Schmieröl gelösten Acetylenhomologen. Es ist möglich, daß durch den feuchten Überzug, den die Rohrwände durch dieses Kondensat früher immer hatten, die Auslösung eines solchen Vorganges nicht möglich war. Der Vorgang war auch bei der Störung am 1.3. an einer Stelle, wo das Gas eine Richtungsänderung erfuhr.

Um mit der Anlage die dringend geforderte Produktion wieder aufnehmen zu können, wird die Leitung von den Kompressoren zu dem Ölwascher neu in möglichst gerader Führung ohne Krümmer verlegt. Außerdem soll in diese Leitung überall dauernd Gasöl eingedüst werden, um die Rohrwände benetzt zu halten. Dieses Öl wird mit dem vom Sumpf des Ölwaschers auf den Ausgaser gehenden Öle regeneriert und von der Ölpumpe erneut im Kreislauf gefördert. Hinter dem Ölwascher wird in die 18 atü Gasleitung Wasser von der Wasserpumpe eingespritzt, das mit dem Wasserwascher von der Acetylenkonzentrierung über die Acetylenausgasung läuft.

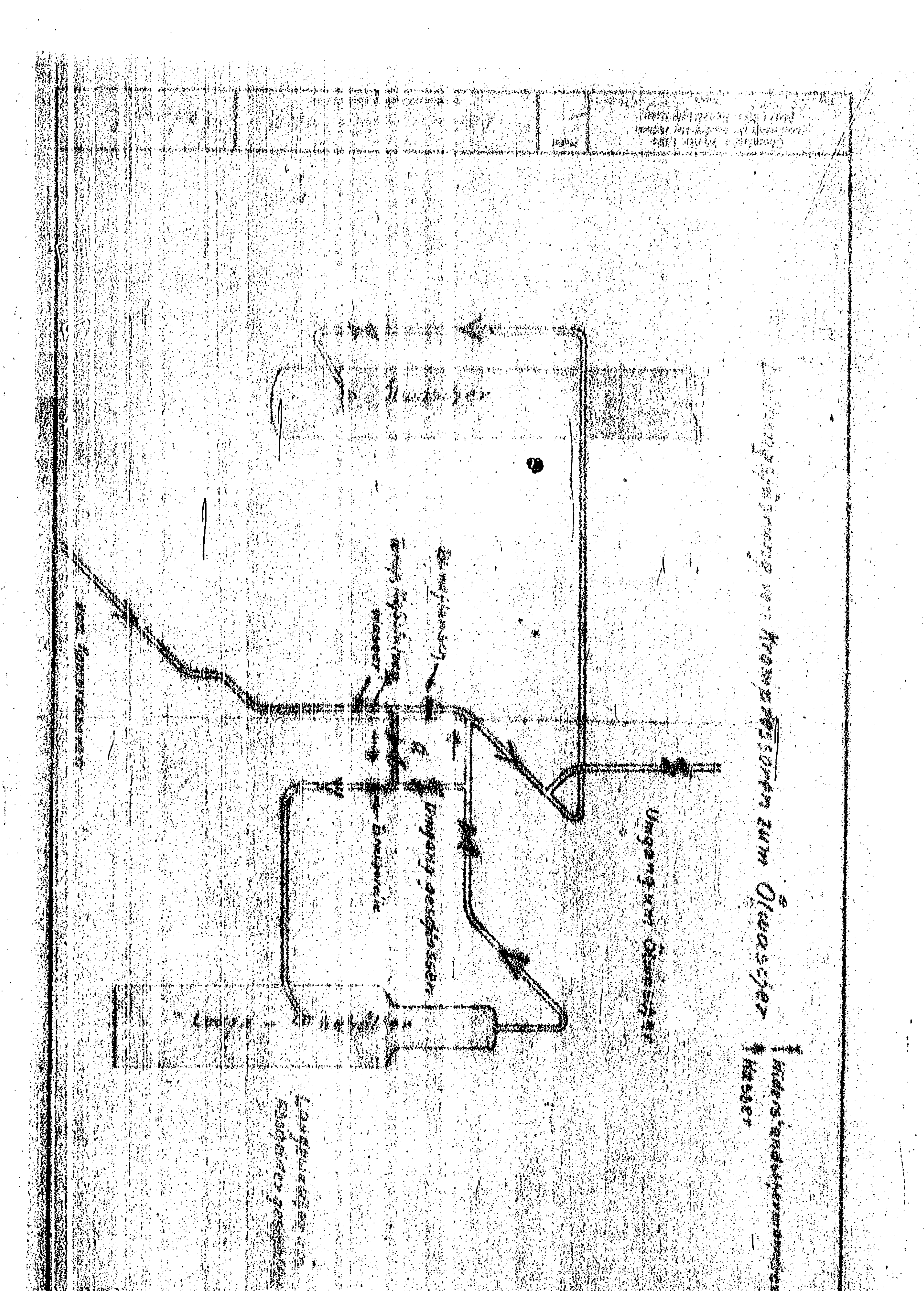
Die beschriebene Maßnahme führt sehr wahrscheinlich in kurzer Frist zu einem Zupolymerisieren des Ölwaschers. Sie kann daher nur als vorübergehender Notbehelf angesehen werden. Der endgültige und baldmöglichst anzustrebende Betriebszustand wird der sein, daß die Ölwäsche verschwindet und in die möglichst einfache Leitungsführung von den Kompressoren direkt auf die [illegible] wäsche Wasser eingedüst wird, wodurch das Entstehen eines Acetylenzerfalles praktisch unmöglich sein dürfte. Der Betrieb ohne Ölwäsche erfordert die Reinigung des konzentrierten Lichtbogenacetylens durch Tiefkühlung. Wird diese Reinigung nicht eingeschaltet, sondern behelfsmäßig wie im Januar und Februar gefahren, so geht die Aldehyderzeugung auf 2/3 zurück. Außerdem entstehen im Aldehydbetrieb erhebliche Schwierigkeiten, dadurch daß bei der Nachreinigung mit Wasserwäsche die höheren Acetylene nicht restlos herausgenommen werden, wodurch die Aktivität der Kontaktlösung stark vermindert wird.

gez. Baumann

Anlage: 1 Skizze

[illegible] Der im Keller in HS 442x stehende Pumpenwart der Laugenpumpe [illegible] den Vorgang des Brandes an der 18 atü Leitung wie folgt: Er habe in [illegible] der Brandstelle ein leises Zischen gehört, [illegible] Dieses Zischen habe etwa 1/4 Stunde lang gedauert und [illegible] fortgeschritten worden. Darauf habe er gesehen, daß [illegible] lang [illegible] nach unten fielen, die ebenfalls an Heftigkeit [illegible] nach einem vorhergehenden Knall erfolgt.

---



---

|  |  |  |
|---|---|---|
| **Chemische Werke Hüls**<br>Gesellschaft mit beschränkter Haftung | Aktennotiz Nr. | Abt.<br>Tag |
| **Betreff** Herrn [illegible] B[illegible] | 453 | Verteiler |

Betriebsstörung in der Acetylenwäsche am 1.3.41.

Die gereinigte Ölwäsche war am Donnerstag, den 13.2.41 [illegible] stellt und wurde für Versuche mit Wasser in Betrieb [illegible] Die Versuche ergaben, daß bei Betrieb der Ölwäsche mit [illegible] eine befriedigende Reinigung nicht zu erzielen war.

Am Montag, den 24.2.41 wurde darauf die Ölwäsche wieder [illegible] in Betrieb genommen. Nach kurzer Betriebszeit (3/4 Stunde) zeigte es sich, daß der Acetylenausgaser im Gasausgang Öl enthielt. Die Ölabläufe im Acetylenausgaser waren bereits wieder verstopft. Der Vorgang wird so erklärt, daß in Gegenwart von Wasser bei [illegible] beim Entspannen des höhere Acetylene enthaltenen Öle eine [illegible] bildet, die auf die höheren Acetylene stark polymerisierend [illegible]

Der Ölausgaser wurde daraufhin wieder gereinigt und sollte nach Reinigung und sorgfältigem Abstreifen des darin enthaltenen Wassers wiederum in Betrieb genommen werden.

Am 28.2. sollte der Ölwascher besichtigt werden, um festzustellen, ob dieser im Sumpf Polymerisat enthielt. Hierzu wurde Schieber [illegible] der anliegenden Skizze geschlossen. Am Stutzen d wurde das Gas im Ölwascher bis auf etwa 7 Atm. entspannt. Das Personal stellte nach einiger Zeit fest, daß der Schieber a qualmte (13 Uhr). Die Schieberhaube hatte eine Temperatur von über 100°. Es zeigte sich, daß die Schieber nicht dicht waren. Daraufhin wurde das Entspannen eingestellt. Als abends 18 Uhr der Druckausgleich wieder vorhanden war, ging die Temperatur am Schieber a rasch zurück. Nach Ausbau des Schiebers a am 2.3. zeigte sich, daß die [illegible] homogen mit Koks zugesetzt war. Der Abscheider unter dem [illegible] a war dabei am oberen Teil in Richtung des ausströmenden Gases ebenfalls heiß. Nach dem Öffnen zeigte sich, daß die [illegible] dick mit Koks belegt war. Die Koksbrocken hatten teilweise noch Kerne mit trockenem Polymerisat. Der Koks stammte eindeutig aus dem Polymerisat.

Am 1.3. gegen 17 Uhr wurde die Gasmenge von 4 auf 5 [illegible] erhöht, nachdem vorher die Gasmenge infolge einer Störung im Lichtbogenbau stark reduziert war. Um 17 Uhr wurde, wie [illegible] lich von Schlossern

0080 10 T. 41/0

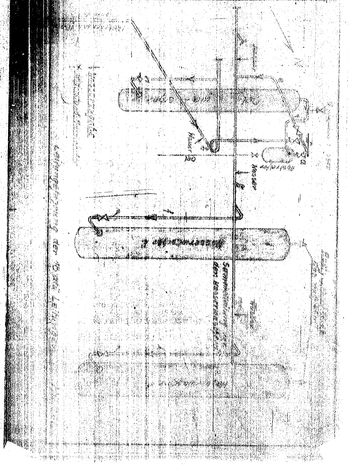
---

[illegible] der Gegend des Ölwaschers [illegible]
Betriebsarbeiter zu dem Meister [illegible]
es in der Anlage 442x stark brandig rieche. Meister [illegible]
wollte nach 442x gehen; in dem Moment kam ein anderer [illegible]
arbeiter und teilte ihm mit, daß die Gasmengenmessungen [illegible]
Wasserwaschern durchgeschlagen seien. Meister [illegible]
zur Bedienungstafel zurück; im selben Moment ertönte in dem Apparategerüst ein dumpfer Knall, und die Rohrleitung stand in Flammen.
Dr. Zobel hatte von HU 346 ebenfalls ein donnerähnliches Geräusch von einigen Sekunden Dauer gehört und sah dann die Rauch- und Flammenentwicklung aus 442x. Die Feuerwehr wurde alarmiert. Die aus dem geplatzten Rohr ausgeschleuderten Polymerisat[illegible]

lich angegeben wird, von Schlossern ein brenzlicher Geruch in der Gegend des Ölwäschers festgestellt. Gegen 16.20 Uhr kam ein Betriebsarbeiter zu dem Meister Nitschmann und teilte ihm mit, es in der Anlage 44Rz stark brandig riecht. Meister Nitschmann wollte nach 44Rz gehen; in dem Moment kam ein anderer Betriebsarbeiter und teilte ihm mit, daß die Gasmangelmessungen an beiden Wasserverschlüssen durchgeschlagen seien. Meister Nitschmann gab zur Bedienungstafel zurück; in selben Moment ertönte in dem Apparatergerät ein dumpfer Knall und die Rohrleitung stand in Flammen. Dr. Schel hatte von Hl 346 ebenfalls ein dennzähnliches Geräusch von einigen Sekunden Dauer gehört und sah dann die Rauch- und Flammenentwicklung aus 44Rz. Die Feuerwehr wurde alarmiert. Die aus den geplatzten Rohr ausgeschleuderten Polymerteilchen die brennend in der Straße 500 lagen, z.B. auch auf den Schutzgurobehältern, behinderten zwar ein Löschrand vorzubringen, es gelang aber dennoch die Anlage ab. Während dem Abstellen wurde festgestellt, daß ein Schrand und kein Brand der Leitung vorlag. Unter Einsatz der Feuerwehr war, wobei sich der Brandmeister Parzinger besonders gut bewährt hat, der Brand 17.15 Uhr gelöscht. Die Eingänge zu den Wasserwächern wurden sofort geschlossen, die Gasmänner zu der Brandstelle konnte nicht unterstützen, weil der Ölwäscher sich durch die undichten Schieber entleerte und der eine Schieber über den Abscheider (wie man später feststellte) direkt über der Brandstelle lag.

Nach Löschung des Brandes zeigte sich folgendes Bild:

In der Gasgangleitung um den Ölwäscher war an der Stelle Hamburger Krümmer etwa 50 cm aufgerissen und noch ein ganzes Stück war aufgeblüht. An den Antrieb des Schiebers war das die Stellen c, e, g und h ebenfalls stark verbrannt, wobei das Rohr g nur auf der Oberseite des Rohres Blasen bildete und das Fallrohr h über die ganze Länge blasig wurde. In den Wasserwäscher sah man Polymerteilchen, welche I war im Unterteil stark verrußt (Acetylenderivate). Ölwäscher II und die Leitung f zeigten eine Kontraktionswirkung. Besonders die horizontalen Stellen hatten eine Schicht Belag und waren teilweise mit Flocken und feuten Polymeren gefüllt, das zum Teil zu fusten Wecdonest polymerisiert. Nach Öffnen der Rohrleitung nach dem Brand zeigte sich eine dicke Bescheren. Das Polymerisat fing nicht an brennen in der Leitung f befindliche trockene Polymeren.



empfindlich.

Die Anlage wird in den letzten Zustand zurückversetzt und kann mit Ölwäsche, wie ursprünglich beabsichtigt, wieder in Betrieb. In der Leitung werden Widerstandsthermometer zur Überwachung einer etwaigen Temperaturanstieges eingebaut. An verschiedenen Stellen (vergleiche Skizze) werden Gasmündungen vorgesehen, die bei Temperaturerhöhung betätigt werden.

Gasverlegungsbetrieb

Wahl

Dem Leiter der Betriebsabteilungs- und Technischen Abteilung.

Wie wir erfahren haben, soll zur Zeit [illegible] Serine Mit die Gasverbrennung [illegible] für wichtigen Grund [illegible] daß die Verbrennungsanlagen sich nicht [illegible] Betrieben ergeben hat und daß [illegible] sowohl die neue Schwelanlage [illegible] anlage für [illegible] Erzeugnisse [illegible] in der Lage sind, [illegible] betriebsbedingter [illegible]

Wir bitten daher [illegible] und für die [illegible] schließlich [illegible] [illegible] Gasverbrennung [illegible] Wir bitten [illegible]

Herrn Dr. Bauer

Betr. Ja Nr. 44/1 [illegible]

Beim Auftreten eines schnellhaften Sicherheitsventils [illegible] bekäme ich am 14.2.41 um 13.15 Uhr ein Brand [illegible] etwa einer halben Stunde unter Mitwirkung der Feuerwehr [illegible] gelöscht wurde. Es sind zwei Schieber von der Firma [illegible] mit Verbrennungen ersten und zweiten Grades dabei zu Schaden gekommen. Dauerschäden ist nicht entstanden. Die Ursache des Brandes ist nicht vollständig geklärt. Der Tatbestand ist folgender:

Das ausschnellende schnellhafte Sicherheitsventil ist an der Eingangs-

Herm Dr. Baumann

S.W.H. TD-Büro
Eng. 20 FEB 1941
Ge. 10 F 1 Bau

Gerätebauung
15.2.41 W

461

Brand in BU 442a am 14.2.41, 13,15 Uhr.

A1,200,210,214,
400,420,450,4210,
4213

Beim Ausbau eines schadhaften Sicherheitsventils an Acetylengasumschaltbehälter 1 kam am 14.2.41 um 13,15 Uhr ein Brand aus, der nach etwa einer halben Stunde unter Mitwirkung der Feuerwehr wieder gelöscht wurde. Es sind zwei Schlosser von der Firma Linsenhoff mit Verbrennungen ersten und zweiten Grades dabei zu Schaden gekommen. Todesfälle ist nicht entstanden. Die Ursache des Brandes ist nicht vollständig geklärt. Der Tatbestand ist folgender:

Der zusammbrennende schadhafte Sicherheitsventil ist an der Ausgangsseite mit der Kesselkohlenwasserstoffleitung verbunden, die Eingangsseite in den Kesselkohlenwasserstoff-Gasbehälter geht. In dieser Gasbehälterleitung hatte, während die Gleichche in Reparatur war, eine Blindscheibe gesteckt, die auf Veranlassung des Betriebsführers in der Nacht von 13. zum 14.2. gezogen worden war. Der Schlossermeister, der am 14.2. den Sicherheitsventil ausbauen ließ, wußte von diesem Tatbestand aber nichts. Er sah nur, daß die Blindscheibe noch steckte und hat eine ohne weiteres den beiden Schlossern den Auftrag zum Entfernen der Blindscheibe erteilt. Nach Aussage der einen Schlosser, der bei den Brandverletzten wurde, bemerkte dieser, als er an [illegible] Ausgangsseite des Ventils hörte, daß eine Blindscheibe [illegible] sowie das an dieser Seite ausströmte. Gleichzeitig [illegible] auf das von oben her Fehlen korrekterweise [illegible] von Flamen weiter. Bei genau hinterfindlichen Fehlen hatte denn das notwendige Duplexstandrohr.

Zur Zeit des Unfalles waren an den Ausgangsseite [illegible] 2, zur einen eine 5 m über den Entgasungsboden befindet, zwei Schlosser mit beschäftigt, einem Stützen an diesem Ausgangsventil [illegible] für eine Schlosser befand sich im Keller, wo die elektrischen Schweißmaschine aufstellen, während der zweite gerade Ausrichten des angebrannten Flansches beschäftigt gewesen [illegible] dieser Schweißer behauptet jedoch, an den Brandbeginn [illegible] haben. Eine Entzündung der [illegible] ist nicht [illegible] sich eine Elektroschweißnaht [illegible]

[illegible]

[illegible]

Herrn Dr.
Verfahrenstechnik Ludwigshafen
Bauhofgruppe der Chem. Abteilung
z.Hd. Herrn Dr. [illegible]
Berlin W 8
Kanonierstr. 120

[illegible]

Betr.: Chemische für den 2. Ammoniakofen.

Am 27.12.1940 hatten wir Herrn Dr. [illegible] die Bitte vorgetragen, uns bei der Beschaffung der [illegible] den 2. Ammoniakofen der Firma Hüls behilflich zu sein. [illegible] mitgeteilt, daß die Lieferfirma von den Firmen nicht eingeschaltet werden sollten. Es handelt sich um den Auftrag M 24/00 [illegible] Rohrenfabrik Düsseldorf auf 2 Ammoniakofen, deren Lieferung außerordentlich viel daran liegt.

Wir wären Ihnen dankbar, wenn Sie uns [illegible] Ihrer Bemühungen machen würden.

Für Ihre Bemühungen sagen wir Ihnen schon jetzt [illegible]

[illegible]

[illegible]

[illegible]

[illegible] 210,4210,4 40,1213.

Ge. 10 FEB 1941
Ge. 10 F 1 Bau

Besprechungsbericht.

| | |
|---|---|
| Gegenstand der Besprechung: | Sicherungsmaßnahmen für die Acethylen-Konzentrierungs-Anlage im Bau Nr. 442. |
| Zeit der Besprechung: | 5.2.41. |
| Ort der Besprechung: | Hü. 442. |
| Besprechungsteilnehmer: | Dr. Schilling, Bpl.-Ing. Gugger. |

Für die Sicherung der Acethylen-Konzentrierungsanlage im Bau Nr. 442 wird mit Herrn Dr. Schilling die Durchführung folgender Sicherungsmaßnahmen vereinbart.

1. Da die Anlage mit Vakuum arbeitet und daher erhebliche Gefahr hinsichtlich des Einsaugens von Luft und der Bildung eines explosiblen Acethylen-Luftgemisches besteht, muß zur laufenden Überwachung des Sauerstoffgehaltes in Acethylen unbedingt und beschleunigt ein Analysen-Gerät zur Feststellung des Sauerstoffgehaltes beschafft werden. Dieses Analysengerät wird zweckmäßig selbstschreibend eingerichtet und mit einer Alarmvorrichtung versehen, die etwa bei einem Sauerstoffgehalt von 0,5 bis 1,0 % ansprickt und damit ziemlich unter der gefährlichen Explosionsgrenze von 2,8 % Sauerstoff bei 2,5 % Luft liegt.
2. Hinter jeden Vakuum-Verdichter sind registrierende Temperatur-Meßinstrumente anzulegen, die gegebenenfalls mit Alarmkontakt bei 60 bis 100 Grad ausgerüstet sind.
3. Hinter jeder Vakuum-Pumpe bzw. hinter jedem Pumpen-Aggregat ist in die Druckleitung ein Sicherheitsventil mit Abblaseleitung ins Freie einzubauen.
4. Besonders Gefahr wird in die gesamte Anlage durch die Wasser- und Ölabscheider hinter den einzelnen Stufen eingebracht. Es ist betriebsmäßig wenig, daß im Vorbereiten Abstellen an diesen Abscheidern manchmal die 2 Ventile der Zuleitungen zu den Abscheidern geschlossen und auch das Ventil in der Acethylen-Ableitung, wenn das Wasser der Entwässerungsleitung geöffnet worden. In derselben Reihenfolge müssen nach Beendigung des Abtreibvorganges



[illegible] 2 Ventile [illegible] werden. Es besteht [illegible] Gefahr, daß die Schlosser [illegible] daß die Ventile bei ihrer [illegible] dicht schließen. Man müßte [illegible] zu vermeiden, die Betätigung der Ventile [illegible] stellen, so daß also das Öffnen der Ventile [illegible] ist, wenn das Ventil in der Entwässerungsleitung geöffnet ist. Außerdem wäre zu überlegen, ob nicht in die Entwässerungsleitung eine Tauchung eingebaut werden [illegible] daß die Einsaugung von Luft auf jeden Fall [illegible] ist, ob nun das Schließen des Entwässerungsventils [illegible] oder dieses Ventil undicht wird.

5. Bei den Abtreibvorgängen wird das anfallende [illegible] bereits oft angewärmt, mittels Dampfkühlung [illegible] Es läßt sich dabei nicht vermeiden, daß beim [illegible] Acethylen und der Entwässerungsleitung [illegible] Entwässerungsleitungen mit [illegible] gelangen) in einen abgeschlossenen Rohrabschnitt [illegible] sich also ein explosiblen Acethylen-Luft-Gemisch [illegible] in der Anlage noch vorhanden und noch [illegible] dung möglich ist, benötigt hier besondere [illegible] wässerungsleitungen nehmen daher [illegible] horemäßiges und mit einem [illegible] ausgeführt werden sollen.
6. Da die Beobachtungen [illegible] dieses Explosionsgemisch [illegible] Gefahr [illegible] Einschaltung einer Tauchung [illegible] der Druckleitung auf [illegible] (Siehen [illegible] und mit [illegible] leitung).

Eine solche Sicherung [illegible] Anlage [illegible] Anschlußleitung von den Abscheidern.

Hinter diesen Sicherungen [illegible] einen besonderen Sicherer oder Schlußventil [illegible]

[illegible]

[illegible] Compressorstation bei den unter Vakuum stehenden [illegible] abgetrennter unter Vakuum [illegible] dichtete Bl [illegible] anzuordnen.

Mit Herrn Dr. Schilling [illegible] gab [illegible] Ausführung [illegible] oben [illegible] Acetylen-Ausgangsleitung [illegible] einzubauen.

rer-Reißkappe) eingebaut, wobei der Betriebdruck zu etwa 2 bis 3 atü gewählt werden sollte.

7. Verschiedene Teile der Anlagen sind mit Entleerungsleitungen versehen, an deren Ende ein Absperrventil sitzt. Da doch von einem unbefugten und gefährlichen Öffnen dieser Ventile zu befürchten, wird jetzt als Sofort-Maßnahme vorgeschlagen, die Handräder aller Ventile abzunehmen. Für später ist es jedoch unbedingt erforderlich, hinter diesen Absperrventilen bei dem unter Vakuum stehenden oder möglicherweise unter Vakuum kommenden Anlageteilen gut abgedichtete Blindscheiben anzubringen.

Mit Herrn Dr. S c h i l l i n g wird schließlich in Erwägung gezogen, nach Durchführung der oben näher bezeichneten Sicherungsmaßnahmen einen Sachverständigen des deutschen Acetylen-Ausschusses zu einer Betriebsbesichtigung einzuladen.

Es wird nochmals darauf hingewiesen, daß die Durchführung der unter Ziffer 1, 2, 3, 5 und 7 oben beschriebenen Sicherungsmaßnahmen für den weiteren Betrieb der Anlage unbedingt vordringlich ist.

[illegible]

[illegible]

TITLE PAGE

38. Schönherrofen.
Details of the Schönherr Furnace - [illegible]
for prospective purchase. May 7, 1[illegible].

Frame Nos. 466 - 469

[illegible]

[illegible]

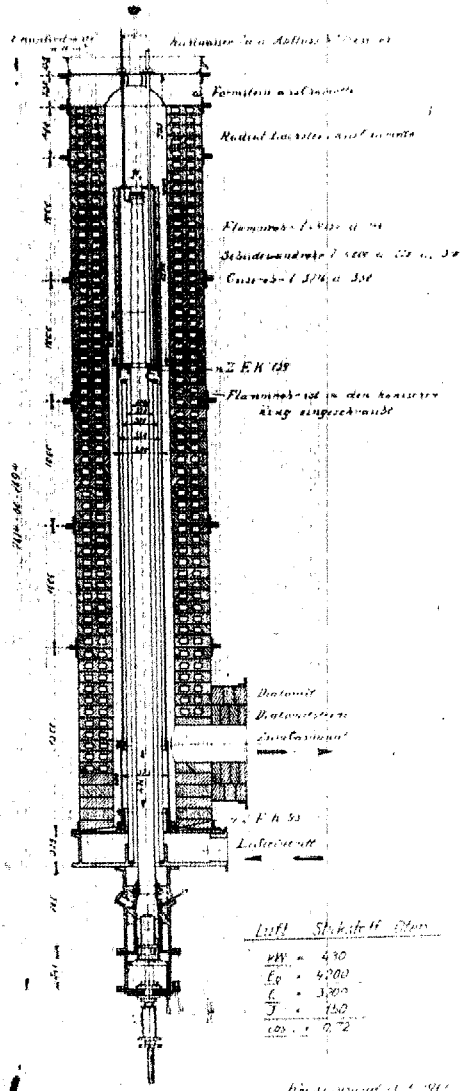
Beim technischen Schönherrofen wird die Kälte [illegible] Wärmeaustausch mit den heißen Reaktionsgasen auf 600 - 800° vorgewärmten [illegible] haltigen Abgase vom Schönherrofen verlassen diesen Ofen (Wärmeaustausch) mit einer Temperatur von etwa 700°, [illegible] Wärme wird zur Dampferzeugung ausgenutzt.

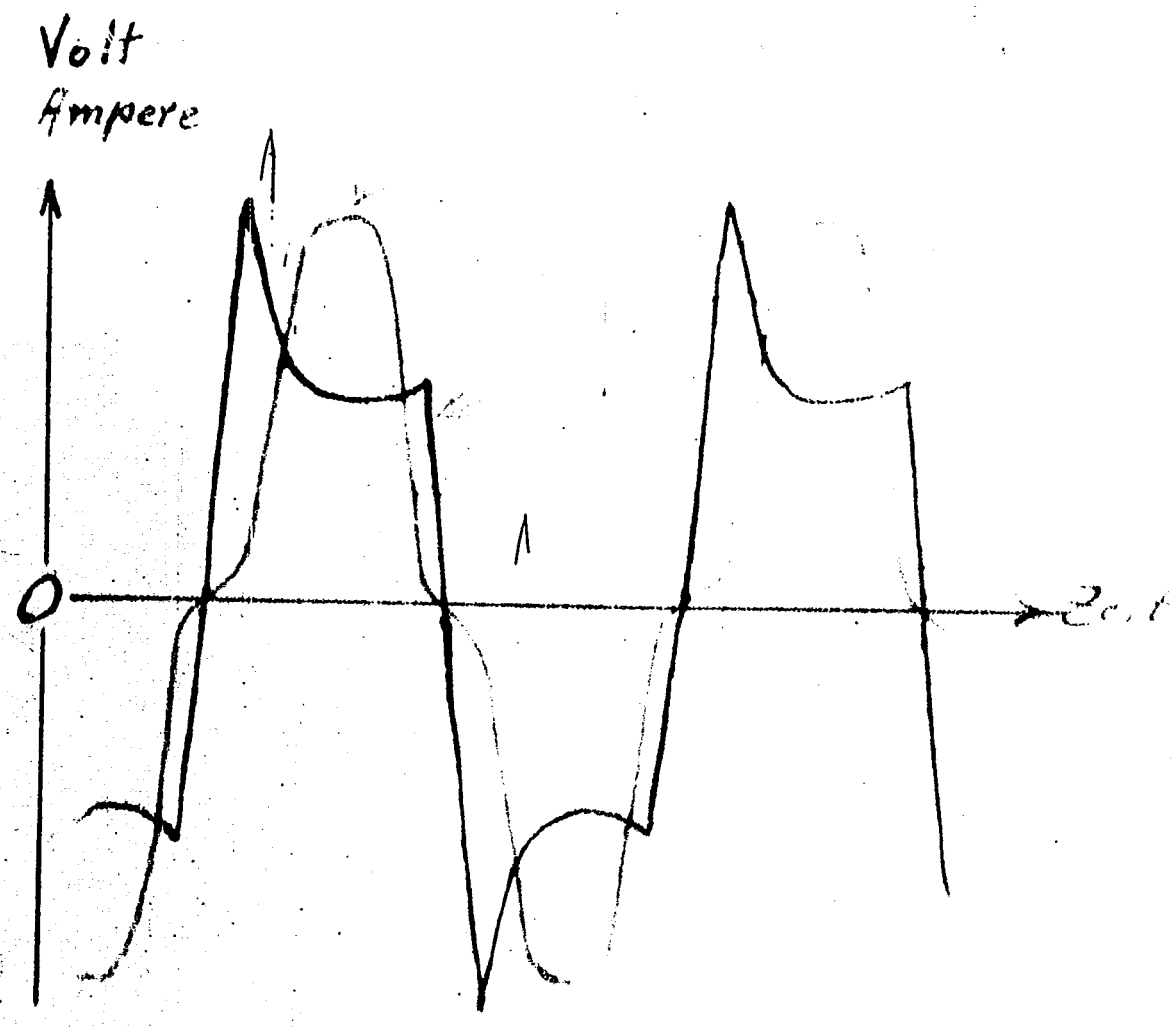
Jeweils 3 Öfen werden zusammen in einem [illegible] Bahn ist ein einige mm breites Band in der Achse des Flammenbrennerspannungsverhältnisse bei der Entladung vergleichbar [illegible].

Mit dem Schönherrofen wurde eine Ausbeute von 70 gr $NO_2$/kWh erreicht, [illegible] ist die Konzentration an NO 1,6 - 1,8 [illegible] Diese Konzentration [illegible] thermodynamisch eine Gleichgewichtstemperatur von 2500° [illegible]. Die Temperatur in der eigentlichen Flamme ist wesentlich höher, [illegible] sche Gleichgewichtstemperatur entspricht etwa der mittleren [illegible] Gasgemisches. Nach der Reaktionsgleichung $N_2 + O_2 = 2NO$ [illegible] Mol NO bezw. pro Mol $NO_2$ 21,6 WE verbraucht, oder [illegible] 21,6 : 0,063 = 344 WE, praktisch werden pro kg $NO_2$ [illegible] = 14,3 · 860 = 12 000 WE effektiv verbraucht. Der [illegible] des Schönherrofens ist somit 344 : 12 000 = [illegible].

Über die Energiebilanz macht Schönherr folgende Angaben:

30 % der zugeführten Leistung liefern [illegible]
40 % " " " wird zur Dampferzeugung [illegible]
10 % " " " werden durch Wärmeleitung [illegible]
17 % " " " [illegible]
3 % " " " werden als Bildungswärme von NO verbraucht.


Formstein
Radial
Flammrohr
Schieberwindrohr
Gasrohr
Flammrohr ist in den konischen Ring eingeschraubt
Dolomit
Dolomitstein
Lufteinlauf
Lufteinlauf
Stichkoke
KW = 430
Eq = 4000
C = 3200
J = 150
(ω) = 0,72
Fig 1
M 1:20
35×50


Volt
Ampere
O

[illegible]

40. Monatsbericht November 1942. Fehrwelse.
Monthly report on manufacturing [illegible]. November 1942.
Monatsbericht November 1942. Aldol - [illegible].
Monthly reports on the aldol [illegible]. Nov. 1942.
Montsberichte der [illegible]hydrierung. November 1[illegible].
Monthly reports on the hydrogenation of aldol. Nov. 19[illegible].
Bilanz der Aldolhydrierung November 1942.
Balance sheet on the hydrogenation of aldol. Nov. 1942.
Monatsbilanz Oktober 1942. Gesamtanschlüsse der Aldol-Butolsäure.
Monthly balance sheet of the total yields of the aldol butlyene glycol plant. [illegible] 1942. The period March 1937 up to [illegible] inclusive June 1942 is covered by correspondence on production details, amount of supply of raw materials, etc.

Fehl Ord. 489 - 713

40. Monatsbericht November 1942. Kehrwalze.
Monthly reports on manufacturing personnel.
November 1942.
Monatsbericht November 1942. Aldol - Werk.
Monthly reports of the Aldol factory. Nov.
1942.
Monatsbericht über Aldolhydrierung. November 1942.
Monthly reports on the hydrogenation of
aldol. Nov. 1942.
Bilanz der Aldolhydrierung November 1942.
Balance sheet on the hydrogenation of aldol.
Nov. 1942.
Monatsbilanz Oktober 1942. Gesamtausbeute der
Aldol-Butolstufe.
Monthly balance sheet of the total yield
of the aldol butylene glycol stage. October
1942. The period March 1937 up to and
including June 1942 is covered by corre-
spondence on production details, sources of
supply of raw materials, etc.

Tra o.Nos. 485 - 713

ORGANISCHE ABTEILUNG
110,200,230,232,239,112

19.12.1940
I/239/

## Monatsbericht November 1940
### Fahrweise

Im Berichtsmonat wurden die Aldolisatoren III und IV mit praktisch unveränderter Last gefahren. Die max. Gesamtbelastung lag mit 25,0 $m^3$/h Acetaldehyd, entspr. 20,0 $m^3$/h Rohaldol, resp. 235 tato Acetaldehyd auf derselben Höhe wie im vergangenen Monat. Aldolisator III wurde hierbei mit 12,8 $m^3$/h Acetaldehyd belastet, entspr. 4,34 t/h Aldol 100 %ig, auf Reinaldol bezogen. Zu Beginn d. Mts. wurde die Aldolisation bei einer Temp. von 25-26°C durchgeführt, ab 10. konnte dieselbe auf 20°C gesenkt werden. Hierbei trat eine weitere erhebliche Verminderung der Nebenprodukte ein, der Rückstand fiel auf 1,8 - 2,0 % bei 4 - 4,5 % Acetaldehyd im Reinaldol.

Gegen Schluß des Monats wurde die Aldolisatortemperatur wieder auf 30°C heraufgenommen, da die Hydrierung über zunehmende Kontaktschädigungen klagte. Im Sommer des Jahres lag die Hydrierung in Ausbeute und Lebensdauer des Kontaktes sehr günstig; diese guten Kontaktperioden fielen nun zeitlich zusammen mit dem Hochnehmen der Aldolisatortemperatur von 20° auf 30° C, sodaß vermutet wurde, daß diese höhere Reaktionstemp. evtl. für das gute Fahren der Hydrierung mitbestimmend war. Zunächst trat auch prompt eine deutliche Besserung in der Hydrierung ein, dieselbe war jedoch nur von sehr kurzer Dauer, sodaß bereits am nächsten Tage eine weitere Verschlechterung der Kontaktöfen auftrat. In zeitlicher Übereinstimmung mit der Hydrierung traten auch in der Aldolisation Störungen auf. Aus bisher nicht geklärten Gründen mußte in unterschiedlichen Abständen ziemlich unvermittelt der PH-Wert des zum Tanklager fließenden Rohaldols um 0,3 - 0,5 Einheiten höher eingestellt werden, um in der Destillation den richtigen PH-Wert von ca. 6,0 zu erreichen. Genau so plötzlich wie dieses abnormale Verhalten des Rohaldols auftrat, war es auch wieder verschwunden, sodaß der PH-Wert des in die Kolonne eingefahrenen Rohaldols im ersten Falle plötzlich abzusinken begann, wodurch naturgemäß eine starke Temperatursteigerung des Sumpfes der Kolonne bewirkt wurde, im zweiten Falle stieg dann plötzlich der PH-Wert stark an, sodaß die Sumpftemperatur der Kolonne stark fiel, da zum das Tanklager

zwischen Aldolisation und Destillation [illegible], 3 - 4 Stunden, je nach der gefahrenen Last, bis [illegible] einreguliert werden kann. Inzwischen müssen die Kolonnen [illegible] suchen diese plötzlich auftretenden Schwankungen [illegible] gehend durch Regulieren des Heizdampfes auszugleichen. Schwankungen in der Zusammensetzung des Reinaldols lassen sich jedoch nicht vermeiden, da einmal zu wenig, im anderen zuviel Acetaldehyd destilliert wird. Zusätzlich wird dann, zumal bei höheren [illegible] wesentlich mehr Rückstand gebildet. Der Pd-Wert des an die Hydrierung gelieferten Reinaldols macht die Schwankungen deutlich verständlich, wenn auch im wesentlich abgeschwächtem Maße. Es ist verständlich, daß diese Schwankungen im Reinaldol dem Kontakt nicht [illegible] zuträglich sind. Die Aldehydfabrik hat nun bei ihrer Aldehyddestillation den Rücklauf von 2,9 auf das 2,5 fache zurückgenommen um die Leistung auf 240 - 260 Jato Acetaldehyd bei Verwendung von 2 Kolonnen steigern zu können. Wir vermuten nun, daß der Aldehyd hierbei nicht ganz sauber destilliert wird, obgleich nach Angabe der Aldehydfabrik analytisch kein Unterschied in der Qualität festgestellt ist. Wir wollen daher versuchen, den Aldehyd durch eine nochmalige Destillation in einer unserer Aldolkolonnen zu reinigen, um die Störungen im Betrieb und vor allem die Kontaktschädigungen in der Hydrierung möglichst ganz zu vermeiden. Weiterhin hoffen wir die auch bei einer Aldolisationstemp. von 30°C allerdings in abgeschwächter Form in der Hydrierung auftretenden Störungen bei der Bestimmung des Pd-Wertes [illegible] zu vermeiden, sodaß eine Senkung der Aldolisationstemp. auf 2[illegible] im Hinblick auf möglichst geringe Bildung von Nebenprodukten, vor allem Rückstand, wieder möglich sein dürfte. Der Umbau der Leitung ist verhältnismässig einfach durchzuführen, vor allem können wir beim evtl. Fortfall der Redestillation des Aldehyds [illegible] neuen Aldehydzwischentank verwendet werden.

Im Monatsmittel wurde ein Umsatz von 43,54 % erreicht, [illegible] im Reinaldol bezogen.

Am Kalilauge-Vorratsbehälter trat bei den allmählich auf den Gefrierpunkt absinkenden Temperaturen eine Störung ein, der Zulauf zum Hydriergefäß war plötzlich verstopft. Beim Ausbau der Leitung wurde festgestellt, daß das ganze Leitungsstück mit Kristallen aus Kaliumhydroxyd - [illegible] - zugesetzt war. Die seit dem Frühjahr in einer Konzentration von [illegible] gelieferte Kalilauge kristallisiert also bereits bei Temperaturen über 0° C. in Form des Hydrats aus. Wir haben daraufhin unsere [illegible]

[illegible] – 41 [illegible]
Interessenten [illegible]/41 [illegible]
lieb. Hilfsfeld [illegible]
zu liefern.

Die Zentrifugen liefen in [illegible]
mit befriedigenden Ergebnissen. Nach einer Betriebszeit
– 3 Tage – mit Aldehydgehalten [illegible]
stark zurück. Ein Spülen der Tücher mit verd. Kali[illegible]
war eine schleichende und auf den Tüchern sehr fest haftende
von Aluminiumhydroxyd resp. – phosphat, nach dem [illegible]
jedoch keine Besserung der Laufzeiten zu beobachten, [illegible]
wieder die Poren des Filtertuches mit dem Aluminiumhydrat verstopfte.
Erst nach dem Fahren der Zentrifugen mit einem mit steigendem PH-[illegible]
– 5,3 bis 6,4 – daß das Aluminiumhydrat in Lösung blieb, wurde [illegible]
eine Verlängerung der Zentrifugenlaufzeiten erzielt. [illegible]
Betrieb stark störende Zwischenfälle sind im Laufe der [illegible]
Betriebszeit in mehr oder minder großen Abständen immer wieder
getreten und werden erst dann überwunden sein, wenn [illegible]
Aldehyd in Aluminiumkessel-Lagern zugeführt wird.

Auf Grund einer alarmierenden Beobachtung, daß Anhalten des [illegible]
Aldolisatoren stammende Kalkwasser, das teilweise in den [illegible]
RG 453 gegeben wird, größere Mengen an organischen Substanzen enthalten würde, wurden an verschiedenen Tagen Wasserproben von [illegible]
Wasserablauf von Aldolisator III, IV und vom Einlauf in den [illegible]
auf den Permanganat-Verbrauch kontrolliert, demselben [illegible]
mit 3 mg KMnO$_4$/l Abwasser auf normaler Höhe, sodaß [illegible]
führung besteht, daß die Aldolisatoren undicht sind.

In der Destillation wurde Kol. III mit den 3 hintereinander geschalteten Zwickerzur Dinokolo-Verdampfern gefahren. Dieselbe ist sehr gut zu fahren und bei der bisherigen Belastung mit max. [illegible] Rohaldol auch noch bei einem PH-Wert von 3,9 in der Lage, die vorgeschriebene Menge Aldehyd abzudestillieren. Hierbei traten nur [illegible] Störungen auf, daß die Kolonne bei Sumpftemperaturen von mehr als 75°C nicht mehr einwandfrei arbeitete, die Böden stellten sich allmählich voll und gingen mit der Temperatur in die Höhe, sodaß der abzudestillierende Aldehyd wasserhaltig wurde. Versuche, die dem Rohaldol zugesetzte Menge Wasser zu verringern, um auf diese Weise eine einwandfreie Abdestillieren des Aldehyds zu erreichen,

führten nur zu Ärgernissen, [illegible]
1,0 % = 12,5 % der anzustrebenden Konzentration [illegible]
andernfalls die Nebenprodukte anreichern. [illegible]
die dem Konzentrat zugesetzte Menge [illegible] auf 2,[illegible] [illegible]
mengen festgelegt. Der Rest von [illegible] = 7[illegible] wird dem [illegible]
Kochgefäß direkt zugeführt. Auf diese Weise wird ein befriedigendes
Arbeiten der Kolonne erreicht. Über nähere Einzelheiten wird zu
einem späteren Zeitpunkt berichtet werden, wenn noch [illegible]
vor allem auch beim Fahren der Kolonne mit höherer [illegible]

An die Aldehydfabrik wurden im Laufe d.M. 1 093 kg Acetaldehyd in
Form von ca. 6 %igem Aldehydwasser abgegeben. Der Acetaldehyd wurde
außer Betrieb genommen, da einmal aus dem Stickstoff nur [illegible]
Acetaldehyd zugemischen wird, zum anderen bei plötzlichem [illegible]
Frost die Gefahr besteht, daß die Leitungen einfrieren, [illegible]
Aldehyd-Hydrat verstopfen.

Im Berichtsmonat wurden insgesamt verbraucht 6 310,[illegible] t [illegible]
davon 430,65 t Formaldehyd. Bei einem Aldol-Acetaldehyd-Verhältnis
von 17,30 werden für 100 kg Aldol 100 %ig, besogen [illegible],
113,00 kg Acetaldehyd t.q. verbraucht.

ORGANISCHE ABTEILUNG
110,200,112,230,232,239

4.Dez.1942
I/239/M

Monatsbericht November 1942
Aldol - Fabrik

**Produktion:** 13 853,46 t Rohaldol in 30 tägiger Arbeitszeit
6 869,23 t Rückaldehyd
8 226,43 t Reinaldol

**Rohaldol - Reinaldol - Abrechnung:**

a) Rohaldol

| | | | |
|---|---|---|---|
| Acetaldehyd-Eingang | 13 686,13 | | |
| Kalilauge | 119,32 | 104,30 | t Wasser |
| Essigsäure | 103,99 | 87,26 | t " |
| Wasser aus Crotonbildung | | 13,21 | t " |
| " aus Salzbildung | | 4,82 | t " |
| Gesamteingang | | 209,59 | t Wasser |
| Rohaldol in Destillation | 13 852,96 | | |
| Rohaldol - Produktion | 13 853,46 | | |

Durchschnittsanalyse Rohaldol:

| | % | t | Aus Acetaldehyd t | i.Aldolisator erzeugt t |
|---|---|---|---|---|
| Acetaldehyd | 52,34 | 7 250,64 | | |
| Crotonaldehyd | 0,42 | 58,18 | 6,82 | 51,36 |
| Aldol } Rückstand } | 45,78 | 6 341,89 | | |
| Wasser | 1,46 | 202,25 | | |

Ausbeute: 46,94 %

**b) Reinöl.**

Produktion: 8 226,43 Rückaldehyd: 6 869,23

| | % | t | aus Rohöl t | i.Dest. erzeugt t |
|---|---|---|---|---|
| Acetaldehyd | 4,[illegible] | 347,15 | | |
| Croton | 1,32 | 108,59 | 58,18 | 50,41 |
| Öl | 75,33 | 6 032,44 | | |
| Rückstand | 2,75 | 222,11 | | |
| Wasser aus Reinöl | | 202,25 | | |
| Wasser aus Crotonöl | 18,43 | 12,96 | | |
| Destillationsverlust | | 1 279,53 | | |
| Wasser | | 21,39 | | |
| Acetaldehyd unverändert | | 7 216,39 | | |
| Acetaldehyd umgesetzt | | 6 391,06 | | |

Ausbeute 46,97 %

**Rohstoffe - Verbrauch**

6 816,500 t Acetaldehyd tel quel +)
[illegible] t Kalilauge als KOH 100 %ig gerechnet
[illegible] t Phosphorsäure als $P_2O_5$ 100 %ig gerechnet

**Durchschnittsanalysen** — Fremdbezug

| | | | |
|---|---|---|---|
| Acetaldehyd | 99,95 % im Vormonat | 99,9 % | 99,54 |
| Essigsäure | 0,02 " " " | 0,019 % | 0,13 |
| Wasser | 0,1 " " " | 0,1 " | 0,1 |
| Kohlensäure | nicht angegeben | nicht angegeben | |
| Acetal u. höhere Homologen | " " | " " | |
| Crotonaldehyd | 0,1 " | < 0,1 " | 0,22 |
| Aceton | 0,1 " | < 0,1 " | |

Qualität über den Monat stark wechselnd.

davon 6 368,25 t Nigrosaldehyd
Kaiserek
430,65 t Wasser

-3-

**Anlaufzeit:**

Als organische Substanz wurde im Reinaldol 98,63 % d.Th. ,bezogen auf eingesetztem Acetaldehyd, wiedergefunden. Auf 100 kg eingesetztem Acetaldehyd entfielen im Endergebnis

| | | |
|---|---|---|
| 3,09 | kg | Acetaldehyd |
| 1,39 | " | Crotonaldehyd |
| 88,36 | " | Aldol 100 %ig |
| 3,26 | " | Aldolrückstand |
| 1,15 | " | Verlust |

zur 100 kg Aldol 100 %ig wurden verbraucht 113,00 kg Acetaldehyd t

| | | |
|---|---|---|
| Abgabe an Aldolkondensat | 8 206,00 t | Reinaldol t.q. |
| " " Destillat DR 112 | 12,00 t | " " |
| " " Destillationsrückstand | 5,24 t | " " |
| Gesamtabgabe: | 8 223,24 t | Reinaldol t.q. |

**Bestand am 1.11.42**

0,000 t Acetaldehyd t.q.
12,440 t Rohaldol t.q.
130,120 t Reinaldol t.q.
17,596 t Kalilauge als KOH 100 %ig
14,956 t Phosphorsäure als $P_2O_5$ 100 %ig.

gez. Frank
gez. Haag
gez. Bub

110,230,232,239,112

10. November 1942
I/239/Pr.

## Monatsbericht Oktober 42

### Fahrweise

Die beiden während des ganzen Monats in Betrieb befindlichen Aldolisatoren III und IV wurden sehr gleichmäßig beaufschlagt und erreichten mit einer Belastung von zusammen 25,1 m³/h Acetaldehyd, entspr. 20,0 m³/h Rohaldol ihr Maximum. Aldolisator III wurde hierbei mit 12,8 m³/h Acetaldehyd belastet, entspr. 4,33 t/h Aldol 100 %ig, auf Reinaldol bezogen. Diese Belastung entspricht einem Verbrauch von 235 tato Acetaldehyd. Zu Beginn des Monats wurde die Aldolisation wie bisher bei 30°C gefahren, mit dem Absinken der Flußwassertemperatur konnte ab 9.d.M. die Reaktionstemperatur auf 25°C herabgesetzt werden. Verbunden hiermit war ein beträchtliches Absinken der Nebenprodukte. Im Monatsmittel wurde ein Umsatz von 43,71 % erreicht, auf Aldol 100%ig im Reinaldol bezogen.

Die Zentrifugen liefen störungsfrei und bei der max. gefahrenen Last mit befriedigenden Laufzeiten. Die kleinen Zentrifugen wurden, wie bereits im vorigen Monatsbericht mitgeteilt wurde, mit Oppanol ausgekleidet, Zentrifuge III wurde vorher mit dem Sandstrahlgebläse von der restlichen Phenytalschicht völlig befreit, sodaß bei dieser Zentrifuge das Oppanol direkt auf das blanke Eisen aufgebracht wurde. Wir haben nach Beendigung der Reparaturarbeiten also folgende 3 Fälle:

1) Zentrifuge I: Die Oppanolschicht ist direkt auf die noch vorhandene Phenytalschicht aufgeklebt worden. Die Trommel wurde in der Hauptwerkstätte neu phenytalisiert.
2) Zentrifuge II: Die beschädigten Stellen der Phenytalschicht wurden an Ort und Stelle ausgebessert. Die Heizung wurde mit einem 1 kWh-Strahlkamin durchgeführt. Die Trommel wurde gegen die vorhandene Ersatztrommel aus VFA ausgewechselt.
3) Zentrifuge III: Die Phenytalschicht wurde mit einem Sandstrahlgebläse restlos entfernt, auf das blanke Metall wurde sodann die Oppanolfolie aufgebracht. Die Trommel wurde in der Hauptwerkstätte neu phenytalisiert.

Wir hoffen diese Zentrifugen im Laufe des Monats November in Betrieb nehmen zu können. Im laufenden Betrieb wird sich dann zeigen, welche Methode sich am besten bewähren wird.

Gegen Ende d.M. war unser Phosphorsäure-Vorratsbehälter I leer geworden. Diese Gelegenheit wurde benutzt, um denselben auf die Güte der Oppanierung zu prüfen. An 2 Stutzen und einigen Stellen im Innern waren ziemlich große Blasen entstanden, die nach dem Aufschneiden etwas Phosphorsäure enthielten. Das Eisen war aber noch nicht sehr stark angegriffen. Es ist von uns geplant, in ca. halbjährlichen Abständen diesen Behälter zu kontrollieren, in die Kontrolle soll auch der Behälter II, der gummiert geliefert wurde, eingeschlossen werden.

In der Destillation wurde zu Beginn des Monats Kolonne I mit der Kälteanlage gefahren. Das Kühlwasser mußte immer noch sehr niedrig auf 6 bis 7°C gehalten werden, damit die Kolonne praktisch drucklos gefahren werden konnte. Am 19. wurde Kolonne I abgestellt und Kol. III angefahren. Die Kondensatoren wurden mit Flußwasser gekühlt, der Druck in der Kolonne lag praktisch auf gleicher Höhe wie der von Kolonne I. Der Wärmeübergang der Kondensatoren von Kol. I mußte also schlecht sein.

---

110,200,230,232,239,112

10. November 1942
I/239/Pr.

492

Monatsbericht Oktober 42

Fahrweise

Die beiden während des ganzen Monats in Betrieb befindlichen Aldolisatoren III und IV wurden sehr gleichmäßig beaufschlagt und erreichten mit einer Belastung von zusammen 25,1 m³/h Acetaldehyd, entspr. 20,0 m³/h Rohaldol ihr Maximum. Aldolisator III wurde hierbei mit 12,8 m³/h Acetaldehyd belastet, entspr. 4,33 t/h Aldol 100 %ig, auf Reinaldol bezogen. Diese Belastung entspricht einem Verbrauch von 235 tato Acetaldehyd. Zu Beginn des Monats wurde die Aldolisation wie bisher bei 30°C gefahren, mit dem Absinken der Flußwassertemperatur konnte ab 9.d.M. die Reaktionstemperatur auf 25°C herabgesetzt werden. Verbunden hiermit war ein beträchtliches Absinken der Nebenprodukte. Im Monatsmittel wurde ein Umsatz von 43,71 % erreicht, auf Aldol 100%ig im Reinaldol bezogen.

Die Zentrifugen liefen störungsfrei und bei der max. gefahrenen Last mit befriedigenden Laufzeiten. Die kleinen Zentrifugen wurden, wie bereits im vorigen Monatsbericht mitgeteilt wurde, mit Oppanol ausgekleidet, Zentrifuge III wurde vorher mit dem Sandstrahlgebläse von der restlichen Phenytalschicht völlig befreit, sodaß bei dieser Zentrifuge das Oppanol direkt auf das blanke Eisen aufgebracht wurde. Wir haben nach Beendigung der Reparaturarbeiten also folgende 3 Fälle:

1) Zentrifuge I: Die Oppanolschicht ist direkt auf die noch vorhandene Phenytalschicht aufgeklebt worden. Die Trommel wurde in der Hauptwerkstätte neu phenytalisiert.
2) Zentrifuge II: Die beschädigten Stellen der Phenytalschicht wurden an Ort und Stelle ausgebessert. Die Heizung wurde mit einem 1 kWh-Strahlkamin durchgeführt. Die Trommel wurde gegen die vorhandene Ersatztrommel aus VFA ausgewechselt.
3) Zentrifuge III: Die Phenytalschicht wurde mit einem Sandstrahlgebläse restlos entfernt, auf das blanke Metall wurde sodann die Oppanolfolie aufgebracht. Die Trommel wurde in der Hauptwerkstätte neu phenytalisiert.

Wir hoffen diese Zentrifugen im Laufe des Monats November in Betrieb nehmen zu können. Im laufenden Betrieb wird sich dann zeigen, welche Methode sich am besten bewähren wird.

Gegen Ende d.M. war unser Phosphorsäure-Vorratsbehälter I leer geworden. Diese Gelegenheit wurde benutzt, um denselben auf die Güte der Oppanierung zu prüfen. An 2 Stutzen und einigen Stellen im Innern waren ziemlich große Blasen entstanden, die nach dem Aufschneiden etwas Phosphorsäure enthielten. Das Eisen war aber noch nicht sehr stark angegriffen. Es ist von uns geplant, in ca. halbjährlichen Abständen diesen Behälter zu kontrollieren, in die Kontrolle soll auch der Behälter II, der gummiert geliefert wurde, eingeschlossen werden.

In der Destillation wurde zu Beginn des Monats Kolonne I mit der Kälteanlage gefahren. Das Kühlwasser mußte immer noch sehr niedrig auf 6 bis 7°C gehalten werden, damit die Kolonne praktisch drucklos gefahren werden konnte. Am 19. wurde Kolonne I abgestellt und Kol. III angefahren. Die Kondensatoren wurden mit Flußwasser gekühlt, der Druck in der Kolonne lag praktisch auf gleicher Höhe wie der von Kolonne I. Der Wärmeübergang der Kondensatoren von Kol. I mußte also schlecht sein.

- 2 -

---

ORGANISCHE ABTEILUNG
230,232,235,110,200,112

14.12.42
I/235/

## Monatsbericht der Aldolhydrierung November 1942.

### a) Aldolhydrierung.

Die stündliche Belastung der Hydrierung betrug im November durchschnittlich 10,5 m³ Reinaldol/Stunde, was einem Tagesverbrauch von ca. 230 t Acetaldehyd entspricht. Die Butolausbeute der einzelnen Kammern war in der ersten Monatshälfte zufriedenstellend (94-95 % der Theorie), fiel jedoch in der zweiten Hälfte des Monats erheblich ab, sodaß die Gesamtausbeute über den ganzen Monat nur noch 93,5 % d.Th. betrug. Der Grund für diese Schwierigkeiten ist noch nicht geklärt, dürfte aber wahrscheinlich ähnlicher Natur wie im Februar und März dieses Jahres (vgl. die entspr. Monatsberichte) sein und in geringen, analytisch nicht faßbaren Verunreinigungen des Aldehyds zu suchen sein.

Der im Vormonat festgestellte außerordentlich niedrige Wasserstoffverbrauch mit nur 100 % d.Th. wiederholte sich im November nicht, der Verbrauch lag mit 110,6 % d.Th. normal. Im Oktober könnte evtl. ein Versehen in der Auswertung der Messungen unterlaufen sein.

Kammer 1 war den ganzen Monat über in Reparatur (vgl. Monatsbericht Oktober), wurde Ende des Monats fertig und konnte am 3.12. mit Kontakt gefüllt werden.

An Kammer 2 wurde die Belastung im ersten Drittel des Monats bis auf 3,7 m³ Reinaldol/Stunde gesteigert, konnte aber infolge der eingangs dieses Berichtes geschilderten Schwierigkeiten nicht sehr lange beibehalten werden. Am 22.11. wurde die Reinaldolmenge reduziert und betrug Ende des Monats nur noch 2,8 m³/Stunde. Die Ausbeute lag anfangs gut, fiel aber gegen Ende des Monats ungewöhnlich stark ab (bis auf 84 % d.Th. an Butol bei einem Durchsatz des 361 fachen Kontaktvolumens), sodaß die Kammer am 7.12. abgestellt werden mußte.

Kammer 3 wurde am 27.11. abgestellt und anschließend zur Rohbutanolnachhydrierung eingesetzt. Wie die folgende Übersicht zeigt, hat die Kammer auch noch am Schluß der sehr langen Kontaktperiode tadellos gearbeitet.

-2-

---

**Kammer 3** Kontaktperiode 7

**Dauer:** 13. 7. - 27.11.42 = 137 Arbeitstage

**Durchsatz:** 11 283 t Reinaldol = 1410 faches Kontaktvolumen

**Höchstbelastung:** 3,6 m³ Reinaldol/Stunde

| **Ausbeute:** | beste Anfangsausbeute an Reinbutol | 96, d.Th. |
|---|---|---|
| | Endausbeute | 92,1 " " |
| | durchschnittliche Ausbeute | 95,1 " " |

bezogen auf

| | | Rohbutol | Reinbutol |
|---|---|---|---|
| **Butanol:** | Gesamtproduktion 369,2 t = | 3,2 % | 4,6 % |
| | Höchste Neubildung am Schluß der K.P. | 3,8 " | 5,6 " |
| | Gesamtneubildung 190,0 t = | 1,6 " | 2,3 " |
| **Rückstand:** | 344,8 t = | 3,0 " | 4,3 " |

**Temperaturanstieg** von Anfang bis Ende der Kontaktperiode

| | | |
|---|---|---|
| Ofeneingang | Gas<br>Aldol | 50 - 64° |
| Ofenausgang | | 94-140-130° |

Am 3.12. wurde die Kammer, anschließend an die Rohbutanolnachhydrierung, nochmals versuchsweise für die Aldolhydrierung eingesetzt, da die Kammer 5 wegen einer Undichtigkeit am Kerzenflansch vorübergehend ausfiel. Im Oktober 1941 war bei Kammer 1 dieser Versuch schon einmal und zwar mit recht gutem Erfolg (vgl. den betr. Monatsbericht) durchgeführt worden. Bei Kammer 3 hatten wir leider kein Erfolg, das Endprodukt enthielt trotz Steigerung der Ofeneingangstemperatur auf 85° etwa 25 % unhydriertes Produkt, sodaß die Kammer nach wenigen Stunden wieder abgestellt werden mußte. Der Kontakt war anscheinend nicht mehr aktiv genug, um diese immerhin etwas robuste Behandlung auszuhalten. Im Vergleich dazu war Kammer 1 seinerzeit auch wesentlich jünger, als sie anschließend an die Butanolnachhydrierung zur Aldolhydrierung verwendet wurde.

-3-

---

Durchgesetztes Kontaktvolumen

| | Rohbutanol | Reinaldol |
|---|---|---|
| Kammer 1 | | |
| Okt. 1941 | 107 | 100 |
| Kammer 3 | | |
| Dez. 1942 | 19 | 1410! |

**Durchgesetztes Kontaktvolumen**

| | Rohbenzol | Reinöl |
|---|---|---|
| Kammer 1 Okt. 1941 | 107 | 100 |
| Kammer 3 Dez. 1942 | 19 | 14101 |

**Kammer 4** wurde am 7.11.42 abgestellt. Die Übersicht zeigt, daß an dieser Kammer recht gut gearbeitet hat, wenn sie auch das außerordentlich gute Ergebnis der Kammer 3 bei weitem nicht erreicht.

**Kammer 4** **Kontaktperiode 6**

**Menge:** 23.7. - 7.11.42 = 103 Arbeitstage
**Durchsatz:** 6 096 t Reinöl = 062 faches Kontaktvolumen
**Stundenleistung:** 3,5 m³ Reinöl/Stunde

| | | | Rohbenzol | Reinöl |
|---|---|---|---|---|
| **Ausbeute** | beste Anfangsausbeute an Reinöl | 90,3 % d.Th. | | |
| | Reinöldichte | 93,0 " | | |
| | durchschnittliche Ausbeute | 95,5 " | | |
| | | **betrugen auf** | | |
| **Verluste** | Gasentpreßtöcken 214,5 t = | 3,1 % | 4,46 | |
| | Mehrte Reinigung an Schlämmen der K.P. | 2,8 " | 4,1 " | |
| | Gesamtverluste 21,5 t = | 4,3 " | 2,9 " | |
| **Rückstand:** | 225,0 t = | 9,2 " | 4,6 " | |

**Betriebsunterbrechung** von Anfang bis Ende der Kontaktperiode:

| | | |
|---|---|---|
| **Betriebsstörungen** | Gas | 90 = 8% |
| | Abdel | |
| **Betriebszeiten** | | 93-143=150% |



Am 10.11. wurde die Kammer mit 5100 kg KMS- Kontakt Ade/21/22 (30,7 % Cu, 0,8 % Fe) gefüllt und am 16.11. in Betrieb genommen. Ende des Monats hatte die Kammer bei einer Belastung von 3,6 m³ Reinöl/Stunde 791 t Reinöl (99 faches Kontaktvolumen) hydriert. Die Betriebsausbeute lag gut und betrug täglich 97,5 % und in Durchschnitt 96,6 %.

**Kammer 4** wurde nach beendeter Rohbutanwäschepräparierung am 25.11.42 mit 5001 kg KMS-Kontakt Ade/23 (Analysen liegt noch nicht vor) gefüllt und am 30.11. zur Hydrierung von Reinöldöl angefahren, da Kammer 1 noch nicht betriebsfähig war.

Als **Kammer 4** wurde am 8.11. der Druck wieder auf 700 atü gesteigert, konnte aber nur einen Tag weiterhalten werden, da am 3.11. ein Rohrbruch an der Ölabreicleitung der Druckleitung der Ölumlaufpumpe brach. Der Bruch des Rohres, der mit einem starken Wasserstoffverbrauch verbunden war, ist vermutlich auf einen Materialfehler zurückzuführen, doch ist es wahrscheinlich, daß der durch starke Bewegungsbewegungen an den Ölabreicleitung begünstigt wurde. Um diese Bewegungen zu verringern, ist ein Teilen an der Ölumlaufpumpe vorgenommen und zwar dergestalt, daß die Druckleitung an die vorhandene 700-atü Reserveleitung des Wasserstoffverdichters angeschlossen wird. Maximalbeanspruchungen und 700 atü Ölumlaufpumpe arbeiten dann nunmehr auf einer Reserveleitung.

Ein weiterer Grund für das harte Arbeiten der Ölumlaufpumpe und die Rohrbruch entstehenden Schwingungen der Leitungen könnte die Verwendung des Regenerierungsmittel sein, das einige Tage anstatt der die vorhandenen Reinöldruckregeneratoren verwendet werden könnte. In Zukunft soll nur noch frisches Öl oder als Ersatz dafür ein Gemisch aus Kunstöl und Reinöl, mit den allerdings erst noch Versuchsweise durchgeführt werden müssen, verwendet werden. (Näheres siehe in Abschnitt der IG/R D.I.Pc11 vom 6.11.42.)

Die Kammer wurde anschließend mit 500 atü weiter gefahren und zusammen im Wasserstoffkreislauf mit den übrigen Kammern, da die 700 atü-Ölumlaufpumpe wegen des Umbaues der Rohrleitungen auf der Druckseite stillgelegt werden mußte.

Bis Ende des Monats waren 6 847 t (= 818 faches Kontaktvolumen) hydriert. Die stündliche Belastung wurde bis zur Mitte des Monats auf 2,



Reinöl durchgenommen, die Betriebsausbeute [illegible] die Durchsatzstundenausbeute bis dahin 96,[illegible] %.

**b) Rohbenzolanwäschepräparierung.**

Rohbenzol wurde von 1.-17.11. in Kammer 3 nachhydriert. Der Kontakt lief in seiner Wirksamkeit bald nach. In der Anfangszeit (Anfang des Dezember) waren wie üblich zur Ferungsmaßnahmen [illegible] Sekunden entalten, aber auch die Schwefelaufnahme [illegible] Letztere ist, sobald nach Beendigung der Hydrierung der Kontakt im [illegible] gehalt wurde.

Ende des Monats wurde Rohbenzol nochmals nachhydriert und [illegible] in Kammer 3 in Kunstöl an die Aldehydhydrierung. Auch [illegible] der Zeit des Öfteren Schwefelaufnahmen in Größenordnung, [illegible] anfangs gut (60 Sekunden und mehr) aber ziemlich bald auf [illegible] Sekunden abfielen.

**c) Reinöldöl.**

Die 20 l - Apparatur wurde mit Reinöldöl abwechselnd bei [illegible] 700 atü gefahren, um Ausbeute und Belastung bei den verschiedenen Drucken zu untersuchen. Die anfangs noch auftretenden Anfahrschwierigkeiten an den Stopfbüchsen der Kolbenpumpen sind durch die Verwendung von Graudeder als Packungsmaterial weitestgehend behoben.

[illegible]

**Bilanz für die Hydrierung November 1942**

| | | | | |
|---|---|---|---|---|
| **In Betrieb** | K 1 | | | |
| | 000 [illegible] | B | 1.-30.11.42 | [illegible] |
| | 000 [illegible] | B | 2.-27.11.42 | [illegible] |
| | 000 C | B | 5.-7.11.42 | [illegible] |
| | [illegible] 000 [illegible] | B | 30.11.42 | |
| | [illegible] | B | 1.-30.11.42 | |
| **Abzüglich** | | | Umgang | 8 204,0 % |
| **Kontakt** | | | 00 [illegible] Produktion [illegible] | [illegible] % |
| **Betriebsausbeute** | | | [illegible] | 102,0 % |
| | | | Durchsatz | 97,5 % |

| Reinöldöl | | Anfahrgas | | Kontakt | |
|---|---|---|---|---|---|
| 73,66 % | Öldöl 100 % | 6 044,3 t | 59,72 % | Butol | 1,0 % 5 779,2 t |
| 6,22 " | Acetaldehyd | 510,5 " | 5,00 " | Sprit | 2,5 " 241,4 " |
| 1,52 " | Croton | 124,5 " | 1,46 " | Butanol | 1,5 " 145,2 " |
| 2,37 " | Rückstand | 194,5 " | 1,90 " | Rückstand | 2,9 " 280,7 " |
| 10,43 " | Wasser | 1 518,4 " | 15,24 " | Wasser | 1,5 " 145,2 " |
| 100,00 % | | 8 204,0 % | 100,00 % | | 9,4 % 6 591,7 t |

**Abbrüche**

| | | | | |
|---|---|---|---|---|
| Wasser. Menge Reinöldöl | 6 182,9 t = | 5 779,2 t | = | 93,5 % |
| " Sprit | 362,5 t = | 241,4 t | = | 66,6 % |
| " Butanol | 114,3 t = | 103,4 t | = | 90,4 % |
| " Rückstand | 197,9 t = | 194,4 t | = | 98,2 % |
| " Wasser | 1 550,3 t = | 1 594,6 t | = | 102,9 % |
| | 8 415,7 t | | | |

| | $H_u$-Ausbeute | | $H_u$-Verbrauch | |
|---|---|---|---|---|
| Öldöl | 138,4 % | | Butol | 129,5 % |
| Acetaldehyd | 15,9 % | | Sprit | 1,2 % |
| Crotan | 6,6 % | | Butanol | 1,5 % |
| Rückstand | 2,6 % | | Rückstand | 2,9 % |
| | 163,5 % | | | 137,1 % |







**Wasserstoffverbrauch**

errechnet für 8 204 t Reinöldöl : 825 000 Nm³ $H_2$ 97,6 % (840,130)

| | | |
|---|---|---|
| für Entspannung (80 % $H_2$ in Reinölanlagen) | 226 000 | " |
| für Auffüllung von K 4 u. 5 | 8 000 | " |
| für Butanol-Reinigung | 5 000 | " |
| | 2 124 000 Nm³ $H_2$ | |

499

- 2 -

**Wasserstoffverbrauch**

errechnet für 8 206 t Reinaldol 1 825 000 Nm³ $H_2$ 97,6 %ig (a=0,118)

| | | |
|---|---|---|
| für Entspannung (60 % $H_2$ im Kreislaufgas) | 226 000 | " |
| für Auffüllung von K 4 u. 5 | 8 000 | " |
| für Butanol-Nachhydrierung | 5 000 | " |
| | 2 124 000 Nm³ $H_2$ | |
| | = 112,6 % d.Th. | |
| **tatsächlich verbraucht:** | 2 236 000 Nm³ $H_2$ | |
| | = 118,6 % d.Th. | |
| **gemessene Kreislaufgas-Entspannung** | 198 580 Nm³ | |
| **Flüssigstickstoff verbraucht** | 23 630 " | |

**Rohbutanol-Nachhydrierung**

| | | |
|---|---|---|
| **In Betrieb** | K 5 | 10.-17.11.42 |
| | K 5 | 29.-30.11.42 |
| **Rohbutanol** | Eingang | 247,6 t |
| **Rohbutanol hydr.** | Produktion u.Abgabe | 239,6 t |

---

ORGANISCHE ABTEILUNG
110,200,230,232,235,112

11.11.42
I/235/H

## Monatsbericht der Aldolhydrierung
## Oktober 1942

### a) Aldolhydrierung

Im Monat Oktober schwankte die stündliche Belastung der Hydrierung zwischen 9 und 11 m³/h, was einem täglichen Verbrauch von 200 - 240 t Acetaldehyd entspricht. Wie im Vormonat konnte auch diesmal wieder eine gute Butolausbeute, im Durchschnitt 97,4 % d.Th., erzielt werden.

Der Wasserstoffverbrauch mit 108 % d.Th. war im Oktober außergewöhnlich niedrig. Es muß von der Betriebskontrolle noch geprüft werden, ob die Wasserstoffmessung (Druckwaage) restlos in Ordnung ist, oder ob hier der Grund zu dem niedrigen Verbrauch zu suchen ist.

Von den 3 Produktvorwärmern der Kammern 1 - 3 wurden 2 abmontiert, da normalerweise in den letzten Monaten das Aldol unter Umgehung der Vorwärmer zwischen Regenerator und Ofenkopf zugefahren wurde. Der eine noch stehengebliebene Vorwärmer wird so geschaltet, daß er für jede der 3 Kammern verwendet werden kann, um nötigenfalls die Aldoleingangstemperatur erhöhen zu können, wenn einmal eine erhöhte Butanolbildung gefordert wird.

Die beiden abmontierten Produktvorwärmer werden voraussichtlich zum Bau von Apparaten für eine geplante Versuchskammer 3 a verwendet. Der Ofen für diese Kammer soll aus einem auf dem Apparatelager vorhandenen Hochdruckrohr (350 mm Ø, 5 m Länge) und 3 im Kreislauf der Kammern eingebauten Gasreinigern (350 mm Ø, 3 m Länge) zusammengebaut werden. Die Gasreiniger werden wie in Schkopau durch die vor einigen Monaten ausgebauten Aldolfilter ersetzt.

Kammer 1 mußte am 7.Oktober abgestellt werden, weil der Differenzdruck des Ofens bis auf 16 atü angestiegen war. Beim Kontaktausbau wurde festgestellt, daß zwischen Wulst 4 und 5, also beim 5. Einsatz (Kammer 1 ist bekanntlich mit Sterneinsätzen ausgerüstet) der Kontakt verbacken war, wodurch der Differenzdruck entstanden ist. Die Siebanalyse des zusammengebackenen Kontaktes ergab einen ziemlich hohen Gehalt an feinen Anteilen, ca. 25 % unter 0,75 mm gegenüber normalerweise 1 - 4 %. Die Sterneinsätze waren im ganzen Ofen verbogen, besonders der 5. Einsatz war stark mitgenommen, sodaß sich hier anscheinend der feine Kontakt infolge Verringerung des freien Querschnittes festsetzen konnte. Nach dem Ausbau der Einsätze stellte sich außerdem heraus, daß im unteren Drittel des Ofens das Kupferfutter an mehreren Stellen ausgebeult war. Ursache dafür war vermutlich ein Brüchigwerden der Schweißnähte des Kupferfutters. Um den Schaden zu beheben, mußte der Ofen ausgebaut werden. Die ausgebeulten Stellen wurden glatt gehämmert, die schlechten Schweißnähte herausgestemmt und an diesen Stellen neue Kupferbleche eingezogen und verschweißt. Gleichzeitig wurden zur besseren Befestigung der Sterneinsätze die im Kupferfutter ein-

-2-

---

- 2 -

geschweißten 5 Nasen je Wulst verdoppelt, sodaß jetzt also an jedem Wulst 10 Nasen vorhanden sind, auf die Ringe aufgelegt werden, die dann wiederum die Einsätze tragen. Die Sterneinsätze selbst wurden verstärkt, daß Verbiegungen und Verbeulungen nicht so leicht auftreten können. Bis etwa 20.Nov. soll die Reparatur beendet sein.

Wie die nachfolgende Übersicht der abgelaufenen 6. Kontaktperiode zeigt, war die Lage der Kammer bei der Abstellung noch recht gut und sie hätte noch geraume Zeit weiter in Betrieb gehalten werden können, wenn nicht der aufgetretene hohe Differenzdruck ihre Abstellung notwendig gemacht hätte.

Kammer 1 Kontaktperiode 6.

| | | |
|---|---|---|
| [illegible] | 31.8. - 7.10.42 = 37 Arbeitstage | |
| [illegible] | 4 121 t Reinaldol = 575 faches Kontaktvolumen | |
| [illegible] | 3,6 m³ Reinaldol/Stunde | |
| [illegible] | beste Anfangsausbeute an Reinbutol | 97,5 % d.Th. |
| | Endausbeute | 94,4 " |
| | durchschnittliche Ausbeute | 95,5 " |

| | | bezogen auf Rohbutol | bezogen auf Reinbutol |
|---|---|---|---|
| [illegible] | Gesamtproduktion 114,2 t | = 2,0 % | 3,9 % |
| | [illegible] am Schluß der K.P. | 2,5 " | 2,2 " |
| | [illegible] | 37,7 t = 0,9 " | 1,3 " |
| [illegible] | | 146,6 t = 3,5 " | 5,1 " |

[illegible] vom Anfang bis Ende der Kontaktperiode:

| | | |
|---|---|---|
| [illegible] | Gas | 30-36 ° |
| " | Aldol | 30-36 ° |
| [illegible] | | 80-148° |

Kammer 2 wurde am 24.10. mit vorerst schwacher Belastung (1400 l/ Reinaldol) angefahren. Ausbeute lag Ende des Monats gut, wegen der Kürze der Betriebsdauer und der schwachen Belastung läßt sich aber noch nichts über die Kammer aussagen.

Kammer 3 lief auch während des Monats Oktober störungsfrei durch und hat nach 110 Arbeitstagen [illegible] t Reinaldol (= 1 173 faches Kontaktvolumen) hydriert, die Belastung betrug noch 3 100 l/h.

| | |
|---|---|
| Butolausbeute täglich: | 94,5 % |
| Durchschnitt: | 95,4 % |

Kammer 4 wurde am 1.10. abgestellt, in Reserve gehalten und am 6.10. als Ersatz für Kammer 1 nochmals in Betrieb genommen. Da die Belastung der Kammern schon bei der Abstellung Anfang des Monats auf 2,8 m³/h Reinaldol zurückgenommen war, wurde sie auch mit 2,8 - 3,4 m³/h gefahren und hatte bis Ende des Monats 6 491 t Reinaldol (= 811 faches Kontaktvolumen) hydriert.

| | |
|---|---|
| Butolausbeute täglich: | 93,0 % |
| Durchschnitt: | 95,3 % |

Bei Kammer 5 wurde Anfang des Monats der Betriebsdruck auf 700 atü erhöht, er konnte aber nur einige Tage beibehalten werden, da ein Plunger der Einspritzpumpe heißlief und die Reserve für diese Pumpe noch nicht vorhanden ist. Nach der Reparatur der Pumpe

-3-

---

- 3 -

wurde Mitte des Monats nochmals versucht, den Druck zu erhöhen, aber schon nach einigen Tagen mußte wieder wegen Heißlaufens der Einspritzpumpen - Plunger abgestellt werden. Es stellte sich heraus, daß die Verchromung der Plungerstangen nicht einwandfrei war und abblätterte, wodurch die Packungen der Stopfbüchsen beschädigt wurden.

Bis Ende des Monats waren 6 064 t Reinaldol (= 509 faches Kontaktvolumen) hydriert.

| | |
|---|---|
| Butolausbeute täglich: | 96,5 % |
| " Durchschnitt: | 97,8 % |

### b) Rohbutanolnachhydrierung.

In Kammer 5 wurde Rohbutanol vom 6.-11. und 23.-30.Okt. nachhydriert. Die Schwefelsäurezahlen der Reinfraktion waren durchweg gut (1-2), während die Permanganatwerte zwischen 5 und 30 schwankten.

### c) Technikum.

Die 20 l - Apparatur lag größtenteils wegen Vornahme von Reparaturen und Abänderungen still.

Im 1 Liter - Ofen Nr. 9 wurden Versuche zur Hydrierung von Rohaldol durchgeführt.

---

230,232,110,200,201

Monatsbilanz Oktober 1942

[illegible]

[illegible]

| | | | | |
|---|---|---|---|---|
| 5 651,2 t | Reinbutol | x 0,9476 | → | 5 354,4 t Acetaldehyd |
| 396,2 t | Sprit | x 0,9[illegible]63 | → | 369,3 t " |
| 99,5 t | Butanol | x 1,1889 | → | 109,6 t " |
| 7,7 t | sek-Butanol | x 1,1888 | → | 9,2 t " |
| 7,7 t | Hexanol | x 1,2927 | → | 10,0 t " |
| 6 222,3 t | | | | 6 112,5 t Acetaldehyd |

**Acetaldehyd-Verbrauch für Produktion**

[illegible] Dr. Baumann

[illegible] Bilanz der Alkoholsynthese 1942

[illegible]

| | | | | | |
|---|---|---|---|---|---|
| [illegible] | | | | | |
| 5 651,2 t | Äthylen | x 0,7 76 | ⟶ | 5 554,4 t | Acetaldehyd |
| 336,2 t | Prit | x 0,7 62 | ⟶ | 362,3 t | " |
| 109,5 t | Butanol | x 1,1 08 | ⟶ | 108,2 t | " |
| 7,7 t | sek-Butanol | x 1,1 08 | ⟶ | 9,2 t | " |
| 7,7 t | Isoamyl | x 1,2 27 | ⟶ | 9,4 t | " |
| 6 232,5 t | | | | 6 112,5 t | Acetaldehyd |

Acetaldehyd-Verbrauch für Re-Äthylen

| | | | | |
|---|---|---|---|---|
| Für | 8 080,0 t | abgestelltes Reinalkohol | 6 620,5 t | Acetaldehyd |
| " | 1 000,0 t | " | 819,5 t | " |
| " | 1 200,0 t | gewaschener Rohsprit | 983,0 t | " |
| " | 8 210,0 t | verarbeiteten Rohsprit | 6 665,1 t | " |

Acetaldehydausbeute: [illegible] = 100 = 91,7 %

Rohspritausbeute: [illegible] = 100 = 93,4 %

[illegible] = 117,7 kg

Rohspritverbrauch a. Th.

| | | | |
|---|---|---|---|
| In der Rohspritdestillation erhalten | [illegible] | t | Reinbutanol |
| Alkoholgehalt Alkoholsprit | [illegible] | t | Alkohol 100 % |
| Chemerl. Menge Butanol | [illegible] | t | Reinbutanol |
| Ausbeute d. Th. | [illegible] | | |

Der bei KW4, im Vorsommer lassende Wirkliche Alkohydrierverbrauch ging durch auf 814 kubm. wurde 14,6 % auf unverbrauchten Alkohyd entfielen. Gesamtverbrauch ging; ohne die Butanolproduktion von 191 auf 183 kubm. [illegible] Die Butanolmenge dagegen stieg auf Kosten des Vorrats von 183 t im Vorsommer auf 193 t gesteigert werden.

Infolge günstigerer Ab-Fortschritteiss in der Alkoldestillation war der Alkohol- und Butanolgehalt im Rohrückstand wesentlich geringer als in September. Butanolgehalt stiegen Alkohyde und Materialausbeute destillat an und verringerte sich der Alkohydgehalt pro 100 kg Butol noch weiter.

- 2 -

Reichsstelle für Chemie
4.11.42
1/233/42

REFATIONS ANLEITUNG
130,200,230,232,112,201

Bilanz der Alkohydierung
Oktober 1942

| In Betrieb | K 1 | 1.-7.10.42 |
|---|---|---|
| | 2 | 8.-14.10.42 |
| | 3 | 15.-21.10.42 |
| | 4 | 22.-28.10.42 |
| | 5 | 29.-31.10.42 |

| | | | |
|---|---|---|---|
| Reinalkohol | Menge | 8088 | t |
| Butanol | Produktion a. Abgabe | 8 169 | t |
| Gesamtausbeute | | 100,99 | % |
| " | d.Th. | 98,7 | % |

| Reinalkohol | | | Butanol | | |
|---|---|---|---|---|---|
| 72,48 % | Alkohol 100 % | 5862,7 t | 70,07 % | Butanol 100 % | 5719,1 t |
| 1,44 " | Butanol | 116,5 " | 1,78 " | Prit | 145,3 " |
| 1,44 " | Äthylen | 116,5 " | 1,78 " | Butanol | 145,3 " |
| 1,44 " | Äthylbutanol | 116,5 " | 1,78 " | Äthylbutanol | 145,4 " |
| 23,20 " | Wasser | 1876,7 " | 23,59 " | Wasser | 1927,7 " |
| 100,00 % | | 8088,0 t | 100,00 % | | 8163,0 |

Ausbeute

| Theor. Menge | Reinbutanol | | | | | | |
|---|---|---|---|---|---|---|---|
| " | Prit | [illegible] | % | [illegible] | % | = [illegible] | % d.Th. |
| " | Butanol | [illegible] | " | [illegible] | " | = [illegible] | " |
| " | Äthylbutanol | [illegible] | " | [illegible] | " | = [illegible] | " |
| " | Wasser | [illegible] | " | [illegible] | " | = [illegible] | " |
| | | 8 [illegible] | % | | | | |

Kohlenstoffbilanz

| | | |
|---|---|---|
| Alkohol | [illegible] | |
| Butanol | [illegible] | |
| Äthylbutanol | [illegible] | |
| Äthylen | [illegible] | |
| Wasser | [illegible] | |
| | [illegible] | |

$H_2O$-Verbrauch

| | | |
|---|---|---|
| Butol | 129,1 | t |
| Prit | 10,7 | " |
| Butanol | 12,9 | " |
| Äthylbutanol | 3,5 | " |
| | 153,0 | t |

- 3 -

Kohlenstoffbilanz

| | | |
|---|---|---|
| erreichet für 8088 t Reinalkohol | 1 [illegible] | [illegible] |
| für Betriebsmessung (85 % ig im Kreislaufgas) | 360 | [illegible] |
| für Auffüllung von K 2 | 4 | [illegible] |
| für Butanol-Nachhydrierung | 5 | [illegible] |
| | 2 224 | [illegible] |
| Reinalkohol verbraucht | 2 004 | [illegible] |
| gesamtes Kreislaufgas-Nachmessung | 269 | [illegible] |
| Wirklichkeit verbraucht | 11 | [illegible] |

Rohbutanol - Hydrierung

| In Betrieb | K 3 | 6.-11.10.42 |
|---|---|---|

| | | | |
|---|---|---|---|
| Rohbutanol | Abgabe | 550,3 | t |
| Rohbutanol Hydr. | Produktion a. Abgabe | 538,2 | t |





Betriebsbericht der Alkohydierung
September 1942

a) Alkohydierung

Am 21. August wurde die Hydrierung nach der wegen der Explosion in KW 560 erfolgten Abstellung mit schwacher Belastung wieder angefahren. Die Mitte des Monats erreichte die Belastung mit Reinalkohol einen Wert von 12,4 m³/h (entspricht ca. 270 t Isobutylalkohol/Tag), der die Mitte des Monats beibehalten wurde. Die einzelnen Kammern lagen durchweg recht gut, sodaß eine durchschnittliche Butolausbeute von 93,7 % d. Th. erzielt werden konnte.

Kammer 1 lief stetig und frei während des ganzen Monats mit einer Leistung von größtenteils 5,0 m³/h.

Reinalkohol bis Ende des Monats hydriert: 5 979 m = 447fachen Kontaktvolumen.
Butolausbeute täglich: 94,4 % d.Th.
Butolausbeute durchschnittlich: 94,4 % d.Th.

In den letzten Tagen des Monats stieg der Differenzdruck stetig bis auf etwa 11 mm, er stieg auch in Oktober noch weiter, sodaß die Kammer am 7. Oktober (etwa Monatsbericht Oktober) abgestellt werden mußte.

Kammer 2 wurde am 3./4.42 mit 5 230 kg [illegible] (17,1 % Gel. 0,75 % Cr) gefüllt und steht seitdem unter ca. 100 atü Stickstoff in Reserve.

Kammer 3 hat sich auch in abgelaufenen Monat wieder sehr gut gehalten.

Reinalkohol bis Ende des Monats hydriert: 6 561 m = 673fachen Kontaktvolumen.

Butolausbeute täglich: 94,6 % d.Th.
Butolausbeute durchschnittl.: 94,0 % d. Th.

Kammer 4 lief ebenfalls während des ganzen Monats. Die stündliche Belastung wurde gegen Ende des Monats auf 5,0 und dann auf 5,5 m³/h aufgenommen, da die Ausbeute etwas zurückging.

Reinalkohol bis Ende des Monats hydriert: 5 091 m = 526fachen Kontaktvolumen.

Butolausbeute täglich: 91,0 % d.Th.
Butolausbeute durchschnittl.: 93,8 % d.Th.

Kammer 6 (TCO alth-Kammer) wurde in September in Betrieb genommen. Es [illegible] wurden 1 922 kg [illegible]-Kontakt (Ag. 21/22 (10,8 % Cu, 0,74 % Cr) eingefüllt und der Ofen am 14. September vorwärmt mit 300 atü angefahren und bis Ende des Monats bei diesem Druck durchgefahren. Unter diesen Bedingungen lief die Kammer einschließlich Anlauf- und Abgrüblungen bei einer Belastung von 3,0 m³/h Reinalkohol einwandfrei.





Reinalkohol bis Ende des Monats hydriert: 1022 m = 122fachen Kontaktvolumen.

Butolausbeute täglich: 87,5 % d.Th.
Butolausbeute durchschnittl.: 87,5 % d.Th.

Bei der Ausbauarbeitung dieser Kammer wurde das bisherige Verfahren abgeschafft. Es die Füllung der einzelnen Kammer (Reinalkohol-Einsatz und Reinalkohlgas) unter Umständen unterschiedlich, wurde der Tremmelmesser der Butolkolonne als richtig angenommen und die Reinalkohlmenge Korrekt verrechnet. Dieses Verfahren ist bereitigt, da bei der Hydrierung von der effektiven Menge nichts verloren geht, die Ausbeute in allgemeinen von Umständen (Ofen der Apparatur zeitweise abgestellt) nur von der Zusammensetzung von Reinalkohol [illegible]. Butanol abhängig, von dem Verfahren sind in Zukunft auch bei den anderen Kammern (jeweils von der höchsten angefangen) Korrekturfaktoren [illegible] angewendet werden.

b) Rohbutanolhydrierung

In Kammer 5 wurde Rohbutanol von 4.-21. Sept. nachhydriert und ein Rückstand hydriert der Rohbutanol (Reinkreislauf Primärkontakt) 2 - 3 Std., Sonderfestkontakt 1-2) erzielten.

**Butylenausbeute bei der Butanol-Hydrierung 1942 % = 120 Liter Butylen-Volumen.**

Butylenausbeute täglich 97,5 % = 2,7 Tn.
Butylenausbeute durchschnittl. 97,0 % = 2,6 Tn.

Bei der Ausbeutebestimmung dieser Menge wurde das bisherige Verfahren eingestellt. In die Summe der einzelnen Mengen (Reinbutanol, Rückgang und Destillationsgas) spätestens der ausgemessenen, wurde der Fremdbestandteil der Butylenausbeute in richtig angenommener und die Reinalkohlmenge herausgerechnet. Dieses Verfahren ist berechtigt, da bei der Hydrierung von der gefüllten Menge nichts verloren geht, die Ausbeute im allgemeinen (von Undichtigkeiten der Apparatur entsteht abgesehen) nur von der Zusammensetzung von Butanol bezw. Butanol abhängt, das aus Verfahren wird in Zukunft auch bei den anderen Zusätzen (speziell von den höchsten Anzeigungen der Betriebsgerätes ab) angewendet werden.

b) **Reinbutanolgehalt des Rückgangs**

Ist immer 2 mal im Jahrbuch von H. Dr. Dipl. nachkontrolliert und ein höchstens hydriert der Butanol-Gehalt (Reinfraktion: Fraktionierkolben 1 - 5 mes., Dampfdruckgleichgewicht 1-4) erreichen.

c) **Fraktionen**

Die 20 l - Kreislaufgegenstrom-Kolonne wurde Untersuchungen, die durch Steigerung der Kapazitäten (Durchsatzgeschwindigkeiten an den Stoßrichtungen) vorgenommen waren, geführt.

110, 200, 201, 230, 235, 112

Ludwigshafen am Rhein, den 10. Oktober 1942
17232/Pr.

**Monatsbericht September 1942**
**Gesamtbetriebsbereich der Alkohol-Butylsäure**

**Acetaldehyd-Gewinnung und der Produktion**

| | | | | |
|---|---|---|---|---|
| 9 722,4 t | Reinbutanol | x 0,9776 | = | 5 501,1 t Acetaldehyd |
| 324,1 t | Sprit | x 0,5682 | = | 178,4 t " |
| 150,9 t | Butanol | x 1,1828 | = | 179,4 t " |
| 5,2 t | sek-Butanol | x 1,1828 | = | 6,1 t " |
| 18,3 t | Hexanol | x 1,2527 | = | 17,8 t " |
| 6 225,2 t | | | | 6 183,0 t Acetaldehyd |

**Acetaldehyd-Verbrauch für Produktion**

| | | |
|---|---|---|
| Für 6 676,2 t | abgeführtes Reinaldol | 7 144,6 t Acetaldehyd |
| " 1 000,0 t | erzeugtes Rohbutol | 826,5 t " |
| " 1 000,0 t | erzeugtes Rohbutol | 821,5 t " |
| " 8 370,0 t | verzeichnetes Rohbutol | 6 876,0 t " |
| | Acetaldehyd-Ausbeute | 6 183,0 x 100 = 89,9 % / 6 876,0 |
| | Butanol-Ausbeute | 6 183,0 x 100 = 91,6 % / 6 876,0 |
| | Acetaldehyd-Umsatz | 6 876,0 x 100 = 120,0 kg / 5 730,0 |

**Ausbeuteziffer d. Th.**

In der Butylsäurefabrikation erzielten 3 783,4 t Reinbutol
Nächstwerte Hydrip 3 783,4 t Aldol 100 %
Butanol, Menge Butol 3 783,4 t Reinbutol

Ausbeute d. Th. 3 783,4 x 100 = 95,0 %
3 983,7

Die Aldolfabrik hatte im Monatsdurchschnitt einen Verbrauch von 2,6 cbm Sulfo Aldehyd, davon wurden 2,1 t Formaldehyd. Die Butylproduktion betrug 191 tato durchschnittlich.

Die Acetaldehyd- und Butanol-Ausbeute liegen gegenüber den Vormonaten unverändert. Die Besserung der Ausbeute in der Aldolhydrierung ist weiter an, was sich in den Anstieg der Butylausbeute auf 95,0 % d.Th. (Vormonat 92,5 %) und in den Abnehmen des Aldehydbedarfs pro 100 Butol auf 121,6 kg (Vormonat 121,6 kg) ausdrückt.

gez. Haag

ORGANISCHE ABTEILUNG
110,200,230,235,112

**Bilanz der Aldolhydrierung**
**September 42**

**Rohbutol**

| | | |
|---|---|---|
| 1. Reinbutol | x 1 | = 3783,4 t |
| | 2 | = 3783,4 t |
| | 3 | = 3783,4 t |
| | 4 | = 3783,4 t |

**Rückgang**

| | |
|---|---|
| Rückgang | 2 616 t |
| Destillation, Verlgase | 2 607 t |
| | 26,7 % |

**Ausbeute**

| Reinbutanol | % | Nebenprodukt | % | Nebenprodukt | % |
|---|---|---|---|---|---|
| 71,25 % Aldol | 6 [illegible],0 t | 49,43 % | Butol | [illegible] | 0,01 |
| 4,38 " Acetaldehyd | 370,5 " | 2,58 " | Sprit | [illegible] | 2,[illegible] |
| 1,79 " Croton | 151,5 " | 1,05 " | Butanol | [illegible] | 2,[illegible] |
| 0,06 " Butanol | 5,1 " | 0,03 " | sek.Butanol | [illegible] | 0,[illegible] |
| 18,48 " Wasser | 1 562,0 " | 10,88 " | Wasser | [illegible] | 16,[illegible] |
| 100,00 % | 8 616,0 t | 100,00 % | | | 85,[illegible] |

**Ausbeute**

| | | | |
|---|---|---|---|
| Theorett. Menge | Reinbutol | 6 [illegible],0 t | 96,1,0 % = 95,[illegible] |
| " | Sprit | 350,0 " | 4,4,4 " = 105,[illegible] |
| " | Butanol | 150,0 " | 2,6,0 " = 105,[illegible] |
| " | sek.Butanol | 5,0 " | 0,0,0 " = 102,[illegible] |
| " | Wasser | 1 562,0 " | 1 [illegible],0 " = 99,[illegible] |
| | | 8 616,0 t | |

**Kontrollrechnung**

| | | | |
|---|---|---|---|
| Aldol | 141,9 t | Butol | 153,[illegible] % |
| Acetaldehyd | 10,0 " | Sprit | 19,[illegible] " |
| Croton | 3,6 " | Butanol | 17,[illegible] " |
| Butanol | 0,0 " | sek.Butanol | 4,[illegible] " |
| | 175,5 " | | 174,[illegible] |

**Wasserverbrauch**

Verbrauch für H 670 1 Reinbutol 1 983 000 m³ = 37,[illegible] l/kg (2,[illegible],101)

| | | |
|---|---|---|
| für Kühlung (95 m³ in Spezialbehälter) | 948 000 | " |
| für Auffrischung von K 6 | 19 000 | " |
| für Butanol L-Reinigung | 5 000 | " |
| | 2 955 000 m³ = 37,[illegible] l/kg | |
| | 110,6 % d.Th. | |

**Reinbutanol Verbrauch** 2 [illegible] 700 m³ = 37,[illegible] l/kg
111,0 % d.Th.

**Gesamtes Kühlwasserverbrauchsmenge** 338 000 m³

**NH-Stickstoff verwendet** 39 100 "

**Rohbutanol - Reinhydrierung**

In Betrieb K 3 14. - 23.9.42

| | | |
|---|---|---|
| Rohbutanol, | Eingang | 226,0 t |
| Reinbutanol, Ausbeute | Produktion w.Ausbeute | 227,6 t |

gez. Reindel

gez. Haag

gez. Buh

110,200,230,235,112

Ludwigshafen am Rhein, den 21. 9. 1942
17232/Pr. 512

Herrn Dir. Dr. Bunzendaer

**Betriebsbericht**

Besuch in Oehlkugen am 17. und 18.9.42

In der Aldolhydrierung in Oehlkugen sind zur Zeit folgende Punkte bemerkenswert:

a) **Verschlüsse** der Kessel:

Zeit- und Betriebsunfälle sind aufgetreten. Die großen Ventile "Da Bugenerator" und "Durch Jagenerator" sind entfernt, und sendet werden der noch die Ventile.

b) In der Gangerie der Kessel ist zwischen Produktionsbereich und Abgasventilen ein 45er Ventil eingebaut, das von Bedienungshahn betätigt werden muss. Es ist vorgeschlagen, die Kessel im Falle der Gefahr durch Schließen der Ventile "Da" und "Durch Jagenerator" und des dazu Ventils abzuspreng. ohne Hilfe der Gas bei einem evtl. Vorfallen der Aloxie, Ventile (Explosionsfall) verschlossen werden soll, um die großen Schwerventile auf dem Dach des Bedienungshauses zu schließen.

c) Die Kessel der Kessel und Kessel und Kessel

110,200,250,230,235,112

## Besprechungsbericht

Besuch in Sehkopau am 17. [illegible]

[illegible] in Sehkopau sind nur [illegible]

[illegible] der Kammern:

[illegible] sind [illegible], für [illegible] Regenerator" sind [illegible] verwendet [illegible] die Iser Ventile.

[illegible] der Kammern ist [illegible] Produktionsanlagen [illegible] eingebaut, das von Geschäftsgehäuse [illegible] ist es möglich, die Kammern im Falle der [illegible] der Ventile "Ra" und "Durch Regenerator" [illegible], ohne daß der Ofen bei einem [illegible] Ventile (Stromunterbr.) verlassen werden [illegible] Handventile auf dem Dach der Gasleitungen.

[illegible] und Temperaturregelung wurden nur [illegible] eingebaut. Der Gasdurchgang ist geschlossen [illegible] die Ventile sehr rasch geschlossen werden [illegible], daß man nicht sofort entscheiden [illegible] Ventil geöffnet oder geschlossen ist.

[illegible] Die Kammer wurde [illegible] mit ca. 4 m³ Reinaldol [illegible] Leitung einer Kreiselpumpe entspricht. [illegible] dieses gemischt in einer Kammer verschwindet [illegible] Verteilerbecken über 3 kommentrisch angeordneten [illegible] Ergebnisse die jetzt sehr befriedigend.

[illegible] der Ofen beträgt durchschnittlich zwischen 1000 - 1200 [illegible] (ca. 8000 - 10000 t Reinaldol) bei einer Ausnutzung von ca. 95 %. Die tägliche Gasbeute sinkt [illegible] 92 - 93 %.

[illegible] ist nur halb ohne Kolonne:

65 - 66 % Reinaldol
25 % Wasser
4,5 - 5 % Acetaldehyd
2,5 % Rückstand
1,0 - 1,8 % Crotonaldehyd

[illegible] wird mit NH ohne 5,2 ein [illegible] mit Kresolpurpur unter Zusatz [illegible] wodurch ohne NH-Verschleppung in der [illegible] Destillation erfolgt.

[illegible] die nur halb in einem Filter [illegible] Reinigung erfolgt, [illegible] deren Reinfunktion Schwefelkohlenstoffe [illegible] von 1 - 5 sec. aufweist. [illegible] verständigen Patent [illegible] nachphriar?.

Das Zufahren des Rohbutanols zum Kreislaufgas erfolgt zwischen Regenerator und Gasvorwärmer, um ein evtl. Verschmutzen des Regenerators zu vermeiden.

h) Im Mai dieses Jahres brannte die Butanolkammer in E 31 infolge starker Temperaturansteigerung (Durchgehen der Temp. auf ca. 700 - 800°C) aus. Die Temperaturansteigerung trat beim Anfahren des Ofens mit einem Gemisch von Rohbutanol und ca. 15 % Crotonaldehyd auf. Schkopau erklärt sie durch Benetzungs- bezw. Adsorptionswärme des trockenen 200° warmen Kontaktes, die zu der Reaktionswärme hinzutrat. Infolge der starken Erhitzung wurden verschiedene Flanschen am Ofenausgang undicht. Wasserstoff trat aus und entzündete sich. Die Stichflammen beschädigten den Ofenunterbau so stark, daß sich der Ofen stark neigte und umzufallen drohte. Durch Kühlen der betreffenden Stellen konnte aber ein Umfallen noch verhindert werden. Zum Schutze gegen solche Vorfälle sind bezw. werden in Schkopau sämtliche Ofen- und Regeneratorunterbaue durch eine Mauerverankerung geschützt.

i) In Technikum wurden mit Cu-Ni-Kontakten (5 % Cu, 15 % Ni, 2 % Cr) das 4000 fache Kontaktvolumen an Rainaldol durchgesetzt. Die Gesamtausbeute an Butol betrug dabei ca. 98 %, die tägliche Ausbeute betrug lange Zeit hindurch 100 %, d.h. es trat keine zusätzliche Butanolbildung auf.

Dem Wasserstoff wurden bei diesen Versuchen u.a. auch bestimmte Mengen Kohlenoxyd zugesetzt: 0,1 - 0,001 % CO. Dabei zeigte sich, daß die vergiftende Wirkung des Kohlenoxyds auf den Kontakt bis zu einem gewissen Grad reversibel ist. Bei 0,01 % CO während 1 - 2 Tagen hat die Giftwirkung nach weiteren 3 Tagen Fahrens mit reinem Wasserstoff wieder aufgehoben.

gez. Reindel

gez. Haag

gez. Bub

110,200,201,290,291,112

11. September 1944
I/392/Ro.

## Monatsbilanz August 1944

Betriebsabteilung der Aldol - Butylalfe

### Aldehyd-Äquivalent der Produktion

| | | | | | | |
|---|---|---|---|---|---|---|
| 5 160,2 t | Rohbutol | x | 0,9776 | → | 5 044,6 t | Acetaldehyd |
| 186,7 t | Sprit | x | 0,9562 | → | 369,0 t | " |
| 198,7 t | Butanol | x | 1,1288 | → | 224,1 t | " |
| 4,7 t | Hexanol | x | 1,2927 | → | 6,1 t | " |
| 5 744,3 t | | | | | 5 643,6 t | Acetaldehyd |

### Aldehydverbrauch für Produktion

| | | | |
|---|---|---|---|
| Für 7 215,0 t | abgegebenes Reinaldol | 5 034,0 t | Acetaldehyd |
| " 1 209,0 t | " " | 821,0 t | " |
| " 1 200,0 t | erzeugtes Rohbutol | 816,0 t | " |
| " 7 [illegible],0 t | verarbeitetes Rohbutol | 627,3 t | " |

Aldehydgehalt-Ausbeute $\frac{5\,643,6}{5\,277,3} \times 100 = 90,1\ \%$

Butylalfe-Ausbeute $\frac{5\,744,3}{5\,277,3} \times 100 = 91,6\ \%$

Butylalfe-Ausbeute bezogen auf Rohbutol $\frac{5\,744,3}{4\,744,3} \times 100 = 121,6\ \%$

### Butylalfeausbeute i. Ha.

| | | |
|---|---|---|
| In der Butylalfeabteilung erhalten | 5 160,2 t | Rohbutol |
| Alfelzeugnisse Aloxite | 3 [illegible],1 t | Aldol 100 % |
| Wiedergew. Hengo Butyl | 5 [illegible],6 t | Rohbutol |
| Ausbeute i. Ha. | $\frac{5\,160,2}{5\,[illegible],0} \times 100 = 92,3\ \%$ | |

Der Aldehydverbrauch betrug im Monatsdurchschnitt 195 Tato, davon waren 1 [illegible] Fremdlieferg. Die Butylproduktion lag mit durchschnittlich 160 Tato um 12 % niedriger als im Vormonat.

Die Butylausbeute lag mit 92,3 % gegenüber dem Vormonat (89,[illegible]) deutlich [illegible] und dementsprechend der Aldehydverbrauch [illegible] 100 Mtaol [illegible] gesenkt. Diese Verbesserung hat ihre Ursache, [illegible] man in der Jubiläumsausgabe, in der Aldolhydrierung, wo [illegible] guten Verhältnissen bei dem Ofen weiter angehalten haben, wo[illegible] endlich seinerseits auf eine, gegen das I. Halbjahr 42 ein[illegible] Besserung der Aldehydqualität zurückzuführen ist.

gez. Haag

gez. Hu[illegible]

110,200,230,232,235,112

9. [illegible]
1/235/Kr.

# Monatsbericht der Aldolhydrierung
## August 1942

a) **Aldolhydrierung**

Nach der im letzten Monatsbericht erwähnten Zurücknahme der Produktion stieg die stündliche Belastung der Hydrierung bis zum 11. des Monats wieder auf 10 - 11 m³ Reinaldol. Durchschnittlich wurden von Mu ab 215 t Acetaldehyd verbraucht, am 30. August mußte dann vorübergehend wegen der Explosion in HK 462 abgestellt werden.

Kammer 1 wurde am 7.8.42 mit 5 476 kg BSH-Kontakt Sdg. 19 und 21 (77,7 % Co, 0,73 % Cu) frisch gefüllt und am 11.8.42 in Betrieb genommen. Die Ausbeute lag anfangs nicht besonders gut, da die Kammer in den ersten 14 Tagen nur schwach (1,4 m³ Reinaldol/Stunde) belastet werden konnte. Schon früher wurde beobachtet, daß bei den im Ofen 1 eingebauten Sternleinsätzen erst bei einer Belastung von ca. 2,5 m³/Stunde eine vernünftige Flüssigkeitsverteilung vorhanden ist. Nachdem Ende des Monats die Belastung auf 5 m³/Stunde gesteigert werden konnte, stieg die Ausbeute von ca. 94 auf 96 % an.

Das Aldol wurde von Anfang an zwischen Regenerator und Ofenkopf, also ohne Aldolvorwärmer, zugeführt.

Bei Kammer 2 wurde am 12.8. die Butanolneubildung durch Erhöhung der Aldoleingangstemperaturen willkürlich gesteigert, da einerseits Acetaldehyd verbraucht andererseits aber die Aufnahmefähigkeit für Reinbutol seitens der Butadienfabrik bezw. Polymerisation beschränkt war. Infolge der Temperaturerhöhung von 59 auf 80°C stieg die Butanolneubildung von ca. 5 auf 8 % an, während die Butolausbeute bis auf 83 % sank. Gegen Ende des Monats waren die Voraussetzungen für eine erhöhte Butanolproduktion nicht mehr gegeben, weshalb die Kammer am 25.8.42 abgestellt wurde.

**Kammer 2** — **Kontaktperiode 8**

| | | |
|---|---|---|
| Dauer: | 20.6. - 25.8.42 = 67 Arbeitstage | |
| Durchsatz: | 5 516 t Reinaldol = 698 faches Kontaktvolumen | |
| Stundenbelastung: | 5,0 m³ Reinaldol/Stunde | |
| Ausbeute: | beste Anfangsausbeute an Reinbutol | 97,0 % d.Th. |
| | Endausbeute | 83,0 % " |
| | durchschnittliche Ausbeute | 92,5 % " |

| | | Menge | Mengen % | bezogen auf Reinbutol |
|---|---|---|---|---|
| Bilanz: | Gesamtproduktion | 259,6 t | = 4,7 % | 6,9 % |
| | Mittlere Neubildung am Schluß der K.P. | | 7,9 % | 13,4 % |
| | Gesamtneubildung | 164,7 t | = 8,9 % | 4,3 % |
| Verluste: | | 171,4 t | = 3,0 % | 4,5 % |

**Temperaturverlauf** von Anfang bis Ende [illegible]

| | | |
|---|---|---|
| **Ofeneingang** | Gas | 55 - 64° |
| " | Aldol | 31 - 38° |
| **Ofenausgang** | | 95 - 172° |

**Anschließend wurde die Kammer** noch [illegible] **Hydrierung eingesetzt** und dann ausgebaut.

**Kammer 2 lief** störungsfrei mit sehr guten Ausbeuten [illegible] **vorübergehenden Abstellung** am 30.4.42. Die [illegible] **lag bei einer Belastung** von 3,5 m³ Reinaldol/Stunde bei [illegible] **während die durchschnittliche** Butolausbeute noch [illegible] **Nach den Einsatz hatte die Kammer** nach 49 Arbeitstagen [illegible] **Reinaldol = 50% faches** Kontaktvolumen hydriert.

**Kammer 4 lief** ebenfalls während des ganzen Monats [illegible] **wie im Vormonatsbericht** angedeutet, lag die Ausbeute nicht [illegible] **so günstig wie bei Kammer 3,** obwohl die Fahrweise günstiger als [illegible] **wie dort war.** (Aldol wurde unter Ausschaltung des Aldolvor- [illegible] **zwischem Regenerator** und Ofenkopf zugeführt.) Die täglich [illegible] **betrug bei einer Belastung** von 3,3 m³ Reinaldol/Stunde [illegible] **im Monat 95 %, die durchschnittliche** Ausbeute 95,4 %. Es wur- [illegible] **nach 39 Arbeitstagen 2 810 % Reinaldol = 351 faches** Kontaktvo- [illegible] **hydriert.**

**b) Butylalkoholhydrierung**

**In Kammer 5 wurde** Rohbutanol vom 1. - 9. [illegible]

**Kammer 6 anschließend an die** Aldolhydrierung vom [illegible] **hydriert. In beiden Kammern war die** Schwefelausbringung [illegible] **einwandfrei, während die** Permanentnahme [illegible]

**c) Allgemeines**

**In Versuchen wurde die 20 l** - Apparatur verwendet [illegible] **Zuerst traten Schwierigkeiten an der** [illegible] **und dadurch Heißlaufen) auf, die aber** [illegible] **Bedeutend unangenehmer waren die Störungen** [illegible] **die an den Stopfbüchsenpackungen sehr** [illegible] **Schwierigkeiten sind leider auch** [illegible]

Anschließend wurde die Kammer noch bis zum 30.8. zur Butanolnachhydrierung eingesetzt und dann ausgebaut.

Kammer 3 lief störungsfrei mit sehr guten Ausbeuten bis zur eingangs [illegible] vorübergehenden Abstellung am 30.8.42. Die tägliche Butolausbeute lag bei einer Belastung von 3,5 m³ Reinaldol/Stunde bei ca. 95 %, während die durchschnittliche Butolausbeute noch 96,4 % betrug. Bis Ende des Monats hatte die Kammer nach 49 Arbeitstagen 4 028 t Reinaldol = 301 faches Kontaktvolumen hydriert.

Kammer 4 lief ebenfalls während des ganzen Monats ohne Störung. Wie bereits im Vormonatsbericht angedeutet, lag die Ausbeute nicht ganz so günstig wie bei Kammer 3, obwohl die Fahrweise praktisch die gleiche wie dort war. (Aldol wurde unter Ausschaltung des Aldolvorwärmers zwischen Regenerator und Ofenkopf eingefahren.) Die tägliche Butolausbeute betrug bei einer Belastung von 3,3 m³ Reinaldol/Stunde Ende des Monats 95 %, die durchschnittliche Ausbeute 95,4 %. Es wurden nach 39 Arbeitstagen 2 810 t Reinaldol = 351 faches Kontaktvolumen hydriert.

b) Rohbutanolnachhydrierung

In Kammer 5 wurde Rohbutanol vom 1. - 3. und 18. - 24. und in Kammer 2 anschließend an die Aldolhydrierung vom 26. - 30. August nachhydriert. In beiden Kammern war die Schwefelsäureprobe der Reinfraktion einwandfrei, während die Permanganatzahlen gegen Schluß abfielen.

c) Technikum

Im Technikum wurde die 20 l - Apparatur versuchsweise bei 700 atü gefahren. Zuerst traten Schwierigkeiten an der Umlaufpumpe (Versagen der Öl-Lung und dadurch Heißlaufen) auf, die aber bald behoben werden konnten. Bedeutend unangenehmer waren die Störungen an den Einspritzpumpen, die an den Stopfbüchsenpackungen sehr rasch undicht wurden. Diese Schwierigkeiten sind leider auch jetzt noch nicht behoben.

gez. Haag

110, 200, 201, 230, 232, 235, 112

3. September 1942
I/235/Kr.

Ch.V.H. | 4. SEP 1942 | Nr. | Bl. | Bem.

# Bilanz der Alcoolhydrierung
## August 1942

**In Betrieb** K 1 11. - 31. 8. 42
" 2 1. - 29. 8. 42
" 3 1. - 31. 8. 42
" 4 1. - 31. 8. 42

| | | | |
|---|---|---|---|
| Rohöldest. | Eingang | 7 312 t | |
| Rohbutol | Produktion u. Abgabe | 7 414 t | |
| Ausbeuteziffer | | 101,4 % | |
| " | d. Th. | 99,0 % | |

### Ansätze

**Rohöldest.**

| | | | |
|---|---|---|---|
| 72,13 % | Alcol 100 % | 5 [illegible] t | |
| 4,98 " | Acetaldehyd | 320,0 t | |
| 1,85 " | Crotol | 136,0 t | |
| 3,28 " | Rückstand | 255,8 t | |
| 18,27 " | Wasser | 1 [illegible] t | |
| 100,00 % | | 7 312,0 t | |

**Rohbutol**

| | | | |
|---|---|---|---|
| [illegible] % | Butol 100 % | 5 111,9 t | |
| [illegible] " | Sprit | 368,5 t | |
| [illegible] " | Butanol | 261,7 t | |
| [illegible] " | Rückstand | 243,9 t | |
| [illegible] " | Wasser | 1 428,0 t | |
| 100,00 % | | 7 414,0 t | |

### Ausbeute

| | | | | | |
|---|---|---|---|---|---|
| Theoret. Menge | Butabutol | 5 395,0 t | : 5 111,9 t | = | 94,7 % d. Th. |
| " " | Sprit | 344,1 t | : 368,5 t | = | 107,1 % d. Th. |
| " " | Butanol | 143,0 t | : 261,7 t | = | 182,0 % d. Th. |
| " " | Rückstand | 243,5 t | : 243,9 t | = | 100,2 % d. Th. |
| " " | Wasser | 1 361,7 t | : 1 428,0 t | = | 104,8 % d. Th. |
| | | 7 488,1 t | | | |

**$H_2$ - Anschluß**

| | |
|---|---|
| Alcol | 120,8 t |
| Acetaldehyd | 15,1 t |
| Crotol | 7,0 t |
| Rückstand | 3,7 t |
| | 147,4 t |

**$H_2$ - Verbrauch**

| | |
|---|---|
| Butol | 114,5 t |
| Sprit | 16,9 t |
| Butanol | 14,5 t |
| Rückstand | 3,6 t |
| | 149,3 t |

**Wasserstoffverbrauch**

| | | |
|---|---|---|
| errechnet für 7 512 t Roinaldol | 1 640 000 Nm³ | $H_2$ 97,1 %ig (d=0,125) |
| für Entspannung (85 % $H_2$ im Kreislaufgas) | 317 000 | " |
| für Auffüllung von K 1 | 5 000 | " |
| für Butanol-Nachhydrierung | 4 000 | |
| | 1 966 000 Nm³ | $H_2$ 97,1 %ig |
| | = 119,9 % d. Th. | |
| tatsächlich verbraucht | 1 897 400 Nm³ | $H_2$ 97,1 %ig |
| | = 115,6 % d. Th. | |
| [illegible] Kreislaufgasverbrauch | 261 000 Nm³ | |
| [illegible] | 50 400 " | |

**Butanol - Nachhydrierung**

| | | |
|---|---|---|
| im Betrieb | X ‖ 1. - 3. und 18. - 24. 8. 42 | |
| | X ‖ 4. - 19. 8. 42 | |
| Butanol | Eingang | 337,1 t |
| Butanol hydr. | Produktion u. Abgabe | 351,1 t |

113,2[illegible],230,232,212

## Monatsbilanz Juli 1942

## Gesamtausbeute der Aldol - Butolstufe

### Acetaldehyd-Äquivalent der Produktion

| | | | | | |
|---|---|---|---|---|---|
| 6 132,2 t | Reinbutol | x 0,9776 | ⟶ | 5 994,8 t | Acetaldehyd |
| 405,2 t | Sprit | x 0,9562 | ⟶ | 365,5 t | " |
| 287,7 t | Butanol | x 1,1888 | ⟶ | 342,0 t | " |
| 25,4 t | Hexanol | x 1,2927 | ⟶ | 32,8 t | " |
| 6 848,5 t | | | | 6 735,1 t | Acetaldehyd |

### Acetaldehyd-Verbrauch für Produktion

| | | |
|---|---|---|
| Für 9 327,0 t | abgegebenes Reinaldol | 7 692,8 t Acetaldehyd |
| " 1 000,0 t | " " | 824,8 t " |
| " 1 000,0 t | erzeugtes Rohbutol | 811,5 t " |
| " 9 320,0 t | verarbeitetes Rohbutol | 7 581,4 t " |

Acetaldehyd-Ausbeute $\frac{6\,735,1}{7\,581,4}$ x 100 = 89,1 %

Material-Ausbeute $\frac{6\,848,5}{7\,581,4}$ x 100 = 90,3 %

Acetaldehyd-Aufwand pro 100 kg Butol $\frac{7\,581,4}{6\,132,2}$ x 100 = 123,6 %

### Butolausbeute d. Th.

| | |
|---|---|
| In der Butoldestillation erhalten | 6 132,2 t Reinbutol |
| Aldolaufwand hierfür | 6 679,6 t Aldol |
| theoret. Menge Butol | 6 828,6 t Reinbutol |

Ausbeute d. Th. $\frac{6\,132,2}{6\,828,6}$ x 100 = 89,8 %

Für die Fabrikation wurden 19 % Fremdaldehyd eingesetzt.

Im Monatsdurchschnitt betrug der Verbrauch an Acetaldehyd rund 249 tato, die Butolproduktion rund 198 tato. Damit ist die für den 2. Ausbau projektierte Menge in der Aldol-Butolstufe erre[illegible]

Aldehyd- und Materialausbeute liegen mit dem Vormonat gleich, dagegen haben sich der Acetaldehydaufwand pro 100 Butol und die Butolausbeute etwas günstiger gestaltet infolge einer besseren [illegible]ge der Hydrierung.

gez. Haag

110,BOC,230,232,235,112

4. August 1942 520
I/232/Kr.

Herrn Dr. Dr. Baumann

**Monatsbericht der Aldolhydrierung**
**Juli 1942**

a) **Aldolhydrierung**

Den größten Teil des Monats lief die Hydrierung mit einer stündlichen Belastung von 10,2 - 12,9 $m^3$ Reinaldol, was einem durchschnittlichen Verbrauch von 240 t Aldehyd pro Tag entspricht. Insbesondere im 2. Teil des Monats lief der Betrieb vollständig ohne Störung. Die einzelnen Kammern lagen sehr gut. Wir führen dies u.a. auch darauf zurück, daß die einzelnen Kammern und die Aldolfabrik während dieser Zeit sehr gleichmäßig gefahren werden konnten. Leider mußte am letzten Tag diese gleichmäßige Fahrweise wegen Störungen in der Gasabteilung aufgegeben werden.

Kammer 1 wurde Ende des Monats abgestellt. Wie die folgende Übersicht zeigt, konnte trotz der Hydrierung dem 623 fachen Kontaktvolumen durch Zurücknahme der Belastung die durchschnittliche Reinbutolausbeute auf 90 % gehalten werden.

| | Kammer 1 | Kontaktperiode 5 |
|---|---|---|
| Dauer: | 4.6. - 31.7.42 = | 58 Arbeitstage |
| Durchsatz: | 4 984 t Reinaldol = | 623 faches Kontaktvolumen |
| Durchsatzleistung: | 4,2 $m^3$ Reinaldol/Stunde | |
| Ausbeute: | beste Anfangsausbeute an Reinbutol | 97,2 % d. Th. |
| | Endausbeute | 85,1 % " " |
| | durchschnittliche Ausbeute | 90,0 % " " |

| | | | bezogen auf Rohbutol | bezogen auf Reinbutol |
|---|---|---|---|---|
| Butanol: | Gesamtproduktion | 275,6 t = | 5,5 % | 3,3 % |
| | Höchste Neubildung am Schluß der K.P. | | 6,4 % | 10,0 % |
| | Gesamtneubildung | 184,4 t = | 3,7 % | 5,5 % |
| Rückstand: | | 151,1 t = | 3,0 % | 4,6 % |

Temperaturverlauf von Anfang bis Ende der Kontaktperiode:

| | | |
|---|---|---|
| Ofeneingang | Gas | 45 - 64° |
| | Aldol | 45 - 64° |
| Ofenausgang | | 90 - 174° |

**Kammer 2** (ohne Verteilerboden) hat bis [illegible] 490 fache Kontaktvolumen an Reinaldol und lag [illegible] tägl. Butolausbeute an 90,2 % und einer durchschnittlichen [illegible] 93,6 % noch recht gut.

**Kammer 3** wurde am 7. Juli abgestellt. Wie die folgende Übersicht zeigt, war der Verlauf der Kontaktperiode ziemlich [illegible].

| Kammer 3 | Kontaktperiode 6 |
|---|---|

**Dauer:** 23.5. - 7.7.42 = 46 Arbeitstage
**Durchsatz:** 5 281 t Reinaldol = 410 faches Kontaktvolumen
**Höchstbelastung:** 3,2 $m^3$ Reinaldol/Stunde
**Ausbeute:** beste Anfangsausbeute an Reinbutol 95,7 % d. Th.
Endausbeute 82,5 % " "
durchschnittliche Ausbeute 88,9 % " "

| | | | bezogen auf Rohbutol | bezogen auf Reinbutol |
|---|---|---|---|---|
| **Butanol:** Gesamtproduktion | 203,6 t | = | 6,1 % | 9,5 % |
| Höchste Neubildung am Schluß der K.P. | | | 8,0 % | 13,2 % |
| Gesamtneubildung | 141,6 t | = | 4,3 % | 6,6 % |
| **Rückstand:** | 100,6 t | = | 3,0 % | 4,7 % |

**Temperaturverlauf** von Anfang bis Ende der Kontaktperiode:

**Ofeneingang** Gas 55 - 72°
" Aldol 30 - 72°

**Ofenausgang** 100 - 172°

Die Kammer wurde am 9. Juli mit 5 500 kg BBE-Kontakt [illegible] (17,0 % Cu, 0,69 % Cr) neu beschickt und am 13. Juli angefahren. Bis Ende des Monats wurden 1 567 t Reinaldol (= 195 faches Kontaktvolumen) hydriert. Die tägliche Ausbeute betrug noch [illegible] %, die durchschnittliche Butolausbeute lag bei 96,5 %. Die Kammer arbeitet also diesmal sehr gut.

**Kammer 4** mußte schon nach 17 Arbeitstagen (am 17. Juli) wieder abgestellt werden, da der reaktivierte Kontakt trotz einer [illegible] belastung von nur 3,2 $m^3$/h nur sehr mäßige Butolausbeuten gab, wie die folgende Übersicht zeigt.

| Kammer 4 | Kontaktperiode 5 |
|---|---|

**Dauer:** 1. - 17.7.42 = 17 Arbeitstage
**Durchsatz:** 1 183 t Reinaldol = 148 faches Kontaktvolumen

**Höchstbelastung:** 3,2 m³ Reinaldol/Stunde

**Ausbeute:** beste Anfangsausbeute an Reinbutol 97,[illegible] %
Endausbeute 97,7 %
durchschnittliche Ausbeute 91,0 %

| | | | bezogen auf Rohbutol | Reinaldol |
|---|---|---|---|---|
| **Butanol:** Gesamtproduktion | 64,5 t | = | 5,4 % | [illegible] |
| Höchste Neubildung an Schluß der K.P. | | | 6,2 % | [illegible] |
| Gesamtneubildung | 43,3 % | | 3,6 % | [illegible] |
| **Rückstand:** | 38,0 % | = | 3,2 % | [illegible] |

**Temperaturverhältnisse** von Anfang bis Ende der Kontaktperiode:

| | | |
|---|---|---|
| **Ofeneingang:** | Gas | 62 - 79° |
| " | Öldol | 31 - 69° |
| **Ofenausgang:** | | 90 - 174° |

Am 20. Juli wurde die Kammer mit 5 253 kg BBE-Kontakt [illegible] (Analyse siehe oben) frisch gefüllt und am 23. Juli in Betrieb genommen. Die Fahrweise war die gleiche wie bei Kammer 3 (Zuführung zum Kreislaufgas zwischen Regenerator und Ofenkopf). Temperaturverteilung im Ofen allerdings nicht ganz so [illegible] im Ofen 3. Möglicherweise hängt dies damit zusammen, daß die Faktreduktion infolge ungleichmäßiger Wasserstoffdosierung [illegible] ganz so regelmäßig verlief wie sonst. Die Ende des [illegible] 62 fache Kontaktvolumen an Reinaldol hydriert.

b) **Rohbutanolnachhydrierung**

Bei der Nachhydrierung in der Zeit vom 10. - 19. Juli [illegible] Permanganatzahl nach einigen Tagen, wie schon früher [illegible] stark ab. Auch der Übergang zur alten Fahrweise (Zugabe des Butanols vor dem Regenerator) änderte daran gleich[illegible].

Vor der nächsten Hydrierungsperiode wurde der Kontakt [illegible] und der Ofen mit ausgebautem Kontakt der Kammer 3 (2 703 [illegible] Juli) frisch gefüllt. Auch bei dieser Nachhydrierung trat [illegible] der oben geschilderte Effekt (Nachlassen der Permanganat[illegible] auf, während die Schwefelsäureprobe noch wie vor ein[illegible]

SS- 523

a) Technikus

Nach Reparatur der beiden Dampfkesselanlagen [illegible] Ofen mit 300 atü in Betrieb genommen. [illegible] bis auf 12 l Kolnaldol/Tonne gestiegen, nur einwandfrei arbeitete.

gez. Saur[illegible]

110,200,230,232,235,112
ORGANISCHE ABTEILUNG

Marl, den 3.1.42
I/235/H

## Bilanz der Aldolhydrierung

**In Betrieb** K 1 1.-31.7.42
2 1.-31.7.42
3 1.-7.u.15.-31.7.42
4 1.-17. u.23.-31.7.42

| | | | |
|---|---|---|---|
| **Reinaldol** | Eingang | 9 325 t | |
| **Rohbutol** | Produktion u.Abgabe | 9 457 t | |
| **Ausbeute** | | 101,4 % | |
| " d.Th. | | 98,7 % | |

### Analysen

| Reinaldol | | | Rohbutol | | |
|---|---|---|---|---|---|
| 72,64 % | Aldol 100 % | 6 773,7 t | 67,53 % | Butol 100 % | 6 386,5 t |
| 4,34 " | Acetaldehyd | 404,7 t | 5,10 " | Sprit | 482,3 t |
| 1,66 " | Croton | 154,8 t | 4,96 " | Butanol | 469,1 t |
| 2,97 " | Rückstand | 276,9 t | 2,97 " | Rückstand | 280,9 t |
| 18,39 " | Wasser | 1 714,9 t | 19,44 " | Wasser | 1 838,4 t |
| 100,00 % | | 9 325,0 t | 100,00 % | | 9 457,0 t |

### Ausbeute

| | | | | | |
|---|---|---|---|---|---|
| Theoret.Menge | Reinbutol | 6928,3 t | : 6386,3 t | = 92,2 % | d.Th. |
| " | Sprit | 423,2 " | : 482,3 " | =114,0 | " |
| " | Butanol | 163,7 " | : 469,1 " | =286,7 | " |
| " | Rückstand | 281,1 " | : 280,9 " | = 99,9 | " |
| " | Wasser | 1789,1 " | : 1838,4 " | =102,8 | " |
| | | 9585,9 t | | | |

**$H_2$ - Zuschlag**

| | |
|---|---|
| Aldol | 159,1 t |
| Acetaldehyd | 18,5 t |
| Croton | 8,9 t |
| Rückstand | 4,2 t |
| | 186,7 t |

**$H_2$ - Verbrauch**

| | |
|---|---|
| Butol | 143,0 t |
| Sprit | 21,1 t |
| Butanol | 25,6 t |
| Rückstand | 4,2 t |
| | 194,0 t |

**Wasserstoffverbrauch**

errechnet für 9 325 t Reinaldol 2 130 000 $Nm^3$ $H_2$ 97,5 %ig (d=0,119)

| | | |
|---|---|---|
| für Entspannung (85 % $H_2$ im Kreislaufgas) | 355 000 | " |
| für Auffüllung von K 3+4 | 8 000 | " |
| für Butanol-Nachhydr. | 4 000 | " |
| | 2 497 000 $Nm^3$ $H_2$ 97,5 %ig | |
| = | 117,3 % d.Th. | |

**tatsächlich verbraucht**

2 283 500 $Nm^3$ $H_2$ 97,9 %ig
= 107,2 % d.Th.

## Kohlutanol - Hochhydrierung

| | | | |
|---|---|---|---|
| In Betrieb | K 5 | 1.-2. | 10.-18.u.[illegible] |
| [illegible] hydr. | Eingang | 393,4 t | |
| | Produktion u.Abgabe | 4 5,[illegible] t | |

I. G. FARBENINDUSTRIE AKTIENGESELLSCHAFT LUDWIGSHAFEN A. RH.

Chemische Werke Hüls G.m.b.H.

**Marl**

Krs. Recklinghausen.

[illegible]

[illegible] FS v.20.u.23.6.42 Anorgan.Abt.Hm/kr

**Aldol-Hydrierkontakt.**
Uns.FS.v.22.u.24.6.42.

Wir bestätigen die zwischen Ihrem sehr geehrten [illegible] rem Herrn Dr.Hinzer am 6.ds.Ms. stattgehabte fernmündliche [illegible]
Wegen Mangel Mitteilung wir [illegible] in Waggon-Frachtgut [illegible]
Nr. IG 77 S 1097/1178 12.34 kg NSB-Kontakt. am 7.ds. [illegible]
Kolli-Nr. IG 38 S 813 folgende 2 Proben Kontaktmassen [illegible]
Muster Nr.9057 bestehend aus Kieselsäureformlingen [illegible] sowie 10% Cu und 10% Cr als aktiver [illegible]
Muster Nr.9058 bestehend aus Kieselsäureformlingen [illegible] sowie 10% Ni und 10% Cr als aktiver [illegible]
Als Träger wurde für diese Kontakte eine von uns hergestellte [illegible] geformte Kieselsäure von 3/6 mm angewandt. Von einer Fertigung [illegible] gels-Oppau wurde deshalb abgesehen, weil dieses Produkt bei [illegible] Cu-, Ni- und Chromsäurelösung und anschliessendem Erhitzen [illegible] zerspringt.

Von Ihrem sehr geehrten Herrn Dr.Sub hatten wir [illegible] Hierzeine am 24.6.42 erfahren, dass Sie sich in Hinblick [illegible] keit für hochchromierte Katalysatoren für die Aldol-[illegible] teressieren. Wir machten bereits dort darauf aufmerksam, [illegible] Temperatur umso höher liegt, je grösser der Chromgehalt [illegible] Um die Frage zu klären, wie hoch der Chromgehalt sein [illegible] mit optimalen Eigenschaften (Aktivität und Giftfestigkeit [illegible] sollte man u.E. eine Reihe Cu-Cr- u.Ni-Cr-Katalysatoren mit [illegible] samtmetall- und wechselndem Chromgehalt prüfen. Wir schlagen [illegible] ein Sortiment Katalysatoren mit ca. 20% Metall und einem [illegible] dem Chromgehalt wie 18% Cu (Ni), 2% Cr
16% " 4 "
14% " 6 "
12% " 8 "
für Sie herzustellen. In diesem Zusammenhang möchten wir [illegible] chromitkontakte nach Adkins aufmerksam machen, die in der [illegible] bindung 5 CuO · 4 $Cr_2O_3$ ohne oder mit Zusatz von [illegible] um Mitteilung, ob Sie die vorgenannten Katalysatoren, [illegible] eher nach Adkins, zu beziehen wünschen.

Ein 5 Ltr-Muster eines Palladiumkatalysators mit ca. [illegible] wir Ihnen in einigen Tagen zugehen lassen.

2478-1975-50M-451
P/0267

**Durchschlag**

Für die Herstellung der Kontakte 8010/(Kolli-Nr. 18 30 [illegible]) [illegible] der Zeche Langenbrahm als Träger verwendet. Nach Mitteilung des [illegible] der diesen Anthrazit in grösseren Mengen verarbeitet, beträgt der Asche-[illegible] ca. 6%. Die genauere Zusammensetzung der Asche konnte uns nicht [illegible] jedoch dürfte $P_2O_5$ als Bestandteil darin enthalten sein.

[illegible] I.G. FARBENINDUSTRIE AKTIENGESELLSCHAFT.

gez.: ppa. Bülow gez. i.V. Johannsen

# BUNA-WERKE

Gesellschaft mit beschränkter Haftung

Chemische Werke Hüls
G.m.b.H.
Herrn Dr. [illegible]

Herrn [illegible]
Organisation Abt.

Betr.: / Arbeitsbescheinigungen

R-Abt.Dr.Str/W, 9.7.4[illegible]

[illegible] Fernschreiben vom 26.6. teilen Sie uns [illegible] das wir im Monat Juli nur mit einer Lie[illegible] von 100 t Butol-Rückständen rechnen können. [illegible] Wir müssen daraufhin Abteilung L. [illegible] mitteilen, daß wir im Monat Juli ca 30 t [illegible] weniger als vorgesehen liefern können. [illegible] sehr starke Nachfrage nach [illegible] Butol-Rückständen besteht, würde es uns interessieren, ob wir in den nächsten Monaten [illegible] 100 t rechnen können. Eine Auf[illegible] von 250 t Butol-Rückständen [illegible] wäre vielleicht möglich.

Mit Gruß!

Buna-Werke
Gesellschaft mit beschränkter Haftung

[illegible] Berlin NW 7
[illegible] Telegr.-Adresse: Buna Berlin
[illegible] Postscheck Berlin 67700

110,200,032,035,112

Herm Dlg. Dr. Baumann

Monatsbilanz Juni 1942

Gesamtausbeute der Aldol - Hydierung

**Acetaldehyd-Äquivalent der Produktion**

| | | | | |
|---|---|---|---|---|
| 4 867,9 t Reinbutol | x | 0,9776 | = | 4 758,9 t Acetaldehyd |
| 352,8 t Sprit | x | 0,9562 | = | 337,4 t " |
| 806,5 t n-Butanol | x | 1,1888 | = | 390,5 t " |
| 13,2 t sek- " | x | 1,1888 | = | 15,7 t " |
| 9,6 t Hexanol | x | 1,2927 | = | 12,4 t " |
| 5 572,0 t | | | | 5 514,9 t Acetaldehyd |

**Acetaldehyd-Verbrauch für Produktion**

| | | | | |
|---|---|---|---|---|
| Für 7 507,5 t abgezogenes Reinaldol | | | | 6 811,6 t Acetaldehyd |
| " 1 000,0 t " " | | | | 827,4 t " |
| " 1 000,0 t erzeugtes Rohbutol | | | | 818,0 t " |
| " 7 621,0 t verarbeitetes Rohbutol | | | | 6 198,2 t " |

| | | | |
|---|---|---|---|
| Acetaldehyd-Ausbeute | $\frac{5\,514,9}{6\,198,2}$ x 100 = | 89,0 % |
| Material-Ausbeute | $\frac{5\,572,0}{6\,198,2}$ x 100 = | 89,9 % |
| Acetaldehyd-Umrechnung | $\frac{6\,198,2}{5\,514,9}$ x 100 = | 107,3 kg |
| Aldol 100 % (Gehalt) | | |

**Butylenausbeute d. Th.**

| | |
|---|---|
| In der Butylendestillation erhalten | 4 867,9 t Reinbutol |
| Aldolanwand hierfür | 5 399,5 t Aldol 1 |
| Abnutzt, Menge Aldol | 5 524,5 t Aldol 1 |

Ausbeute d. Th: $\frac{4\,867,9}{5\,524,5}$ x 100 = 88,1 %

Der Aldehydbedarf wurde zu 89,64 % durch Eigenaldehyd und durch zugekaufenen Alkohol gedeckt.

In Gesamtdurchschnitt betrug der Verbrauch an Aceta[illegible] 104 kato, die Butylproduktion 162 kato. Diese Produktion [illegible] 64 % der für den 2. Ausbau bei der Projektierung [illegible] Menge.

Zur Gr. L.Ablage

---

203 530

Die Ausbauten haben sich gesamthaft [illegible] verzehnfachtet, im Vergleich zum Ja[illegible] 100 Butol etwas angestiegen.

[illegible]

---

[illegible]

a) Aldolhydrierung

Die stündliche Belastung [illegible] Monate 8 - 9,5 m³/h [illegible] 11 m³/h, was einem Durchsatz von [illegible] Tag entspricht.

Kammer 1 wurde am 31.5. [illegible] (18,7 % Ca. 9,93 [illegible]). Das Aldol wird zwischen [illegible] schaltung von Aldolverseifer [illegible] Belastung wurde bis zur Schlacht [illegible] ab 21.6.) gestoppt. [illegible] 27 Arbeitstagen 2 535 t Reinaldol (= [illegible] hydriert bei einer täglichen Aldolmenge [illegible] schnitt bis Ende des Monats [illegible], was [illegible] hältnissen noch als gut [illegible]

Kammer 2 wurde am 1.6. abgestellt und [illegible] zum 12.6. zur Nachhydrierung von Rohbutol [illegible] wurde am 15.6. angefahren und am 15.6. [illegible] Bendung 18/19 (16,4 % Ca. [illegible])

Kammer 2 Produktionszahlen 7

Dauer: 19.4. - 5.7.42 = 49 Arbeitstage

Durchsatz: 3 314 t Reinaldol = 479 Tonnen [illegible]

Mittelbelastung: 6,1 m³ Reinaldol/h [illegible]

Ausbeuten: bezogen Aldehyd [illegible]

Endausbeute

durchschnittliche Ausbeute

---

Reinaldol: [illegible]

[illegible]

Mittelstand: [illegible]

Temperaturverhältnisse: [illegible]

Eingangstemp.: [illegible]

Ausgangstemp.: [illegible]

Vor dem Füllen wurde nach Eisbildung des [illegible] entfernt, sodaß das Aldol während dieser [illegible] durch den Unterhalt der [illegible] wird. Das Aldol wird hier noch wie früher [illegible] gefahren.

Die stündliche Belastung mit Reinaldol betrug [illegible] (27,6) 3,8 m³/h, die Temperaturverteilung [illegible] Untere Lage ist recht günstig. Ende des Monats [illegible] (= 106,5 faches Kontaktvolumen) hydriert hat [illegible] anschaute von ca. 95 % (Durchschnittswerte [illegible]).

Kammer 3 lief während des ganzen Monats. [illegible] erwähnt, konnte durch Weiterfahren [illegible] an sich wahrscheinlich [illegible] trotzdem einer Maximalbelastung von [illegible] m³/h lange an. Ende des Monats betrug die [illegible] 86 - 87 % (Durchschnitt 86,8 %), [illegible] stellt werden muß.

Kammer 4 lief die Mitte des Monats [illegible] Leistung (2,8 m³/h). Von da an fiel die [illegible] ab, sodaß die Kammer nach 4 Arbeitstagen [illegible] machten auch eine Anlerung der Kühlerplatten [illegible] Regenerator und Grenzgr) den [illegible]

[illegible]

Aldol: [illegible]

Mittel [illegible]

Rohbutol: [illegible]

[illegible]

[illegible]

**Butanol** Gesamtproduktion [illegible] t = [illegible]
Höchste Nachhydrierung
am Schluß der [illegible] [illegible]
Gesamt verbraucht [illegible] t = [illegible]

**Rückstand:** [illegible] t = [illegible]

**Tonnenkilometer:** von [illegible]

Abgabe [illegible] = [illegible]
Alkohol [illegible] = [illegible]
Gesamt [illegible] = [illegible]

Der Kontakt wurde am 27.6. ausgebaut, am [illegible]
vierter Kontakt Reaktion K2 (27. [illegible])
Vorrat an frischer NiS-Kontakt [illegible]
2 Kornerfüllungen ausgeführt, [illegible]
Nonnen.

b) Rohbutanolnachhydrierung.

Von 7. - 12.6. wurde [illegible]
ein einwandfreies Produkt erhalten. [illegible]
zur Nachhydrierung [illegible]
von Technikumversuchen [illegible]
kattperlchi) abgefüllt und [illegible]
reduziert und in Betrieb genommen. [illegible]
butanol hydriert produziert, [illegible]
friction) (siehe Abgabe nach Kunden [illegible]
des im Kreislauf an [illegible]

[illegible]

c) Reinalkohol.

Im 1 1 [illegible]
gesetzt und [illegible]
zur Nachhydrierung [illegible]
Butanolmonohydrier [illegible]

Die Kreislaufapparatur [illegible]
Ende des Monats [illegible]
beider Eingriffsgrenzen [illegible]
legt werden.

[illegible]

[illegible]

Bilanz der Alkohol[illegible]

| | | | |
|---|---|---|---|
| **In Betrieb** | K 1 | 4. - 30. 6. 42 | |
| | 2 | 1. - 9. und 2[illegible]. - 30.6.42 | |
| | 3 | 1. - 30. 6. 42 | |
| | 4 | 1. - 25. 6. 42 | |
| **Reinalkohol** | Eingang | | 7 507 t |
| **Rohbutanol** | Produktion u. Abgabe | | 7 621 t |
| **Mengenausbeute** | | | 101,5 % |
| | der Theorie | | 98,7 % |

**A n a l y s e n**

| Reinalkohol | | Rohbutanol | |
|---|---|---|---|
| 72,06 % Alkohol 100 % | 5 411,0 t | 65,73 % Butol 1[illegible] | [illegible] |
| 4,48 % Acetaldehyd | 336,3 t | 5,94 % Sprit | [illegible] |
| 1,84 % Crotonaldehyd | 138,1 t | 5,34 % Butanol | [illegible] |
| 3,23 % Rückstand | 242,5 t | 3,27 % Rückstand | [illegible] |
| 18,37 % Wasser | 1 379,1 t | 19,72 % Wasser | [illegible] |
| 100,00 % | 7 507,0 t | 100,00 % | [illegible] |

**A u s b e u t e**

| | | | | | |
|---|---|---|---|---|---|
| Theoretische Menge | Reinbutol | 5 535,2 t | = | 409,2 t | = [illegible] |
| " " | Sprit | 351,7 t | = | 452,7 t | = [illegible] |
| " " | Butanol | 146,1 t | = | 47,0 t | = [illegible] |
| " " | Rückstand | 246,2 t | = | 249,2 t | = [illegible] |
| " " | Wasser | 1 442,5 t | = | 1 502,9 t | = [illegible] |
| | | 7 721,7 t | | | |

**$H_2$ - Zuschlag**

| | |
|---|---|
| Alkohol | 124,2 t |
| Acetaldehyd | 15,4 t |
| Crotonaldehyd | 8,0 t |
| Rückstand | 3,7 t |
| | 151,3 t |

**$H_2$ - Verbrauch**

| | |
|---|---|
| Butol | 11[illegible] t |
| Sprit | 19,8 t |
| Butanol | 3,2 t |
| Rückstand | 3,7 t |
| | 157,9 t |

- 2 -

**Wasserstoffverbrauch**

errechnet für 7 507 t Reinalkohol 1 [illegible] m³ $H_2$ [illegible] (Norm.)

| | | |
|---|---|---|
| für Entgasung (n2 % $H_2$ in Kreislaufgas) | 250 000 | " |
| für Auffüllung von K2 u. 4 | 6 000 | " |
| für Butanol-Nachhydrierung | 4 000 | " |
| | 1 965 000 Nm³ $H_2$ | [illegible] |
| | = 114,0 % d. Th. | |

**tatsächlich verbraucht** 2 043 600 Nm³ $H_2$ [illegible]
= 118,5 % d. Th.

**Ausgasung Kreislaufgas-Entgasung** 229 300 Nm³

**KD - Stickstoff verbraucht** 35 500 Nm³

**Rohbutanol - Nachhydrierung**

| | | |
|---|---|---|
| **In Betrieb** | K 2 | 7. - 12. 6. 42 |
| | K 5 | 2.- 7., 12.-16. und 23. - [illegible] |

**Rohbutanol** Eingang [illegible]
**Rohbutanol hydr.** Produktion u. Abgabe [illegible]

[illegible]

[illegible]

[illegible]

[illegible]

[illegible]

**Acetaldehyd-Äquivalent der Produkte**

| | | | |
|---|---|---|---|
| 4 661,9 t Reinbutol | x 0,9775 | 4 [illegible] | [illegible] |
| 366,7 t Sprit | x [illegible],562 | [illegible] | [illegible] |
| 246,1 t Butanol | x 1,1885 | 292,5 t | [illegible] |
| 23,9 t sek. " | x 1,1890 | 27,7 t | [illegible] |
| 8,1 t Hexanol | x 1,2327 | 10,[illegible] t | [illegible] |
| 5 306,3 t | | [illegible] | [illegible] |

CHEMISCHE ABTEILUNG
110,111,200,230,232,

Merl, den 17. Juni 1942

Monatsbericht Mai 1942

Gesamtausbeute der Aldol - Butolerie

Aktivkohlenverbrauch der Produktion

| | | |
|---|---|---|
| 4 661,9 t Reinbutol | x 0,9776 | 4 557,1 t |
| 356,7 t Sprit | x 0,9760 | 348,0 t |
| 646,1 t Butanol | x 1,1880 | 768,0 t |
| 23,5 t sek. " | x 1,1880 | 27,7 t |
| 8,5 t Hexanol | x 1,2927 | 10,9 t |
| 5 706,3 t | | 5 229,1 t |

Aktivkohle - Verbrauch für Produktion

| | | |
|---|---|---|
| 5 889,9 t | abgegebenes Reinaldol | 5 857,1 t |
| 1 000 " | " " | 835,7 t |
| 1 000 | gemischtes Rohbutol | 924,1 t |
| 708,3 | verarbeitetes Rohbutol | 5 935, t |

Acetaldehydausbeute $\frac{5\,229{,}1}{5\,857{,}1}$ x 100 = 89,2 %

Material-Ausbeute $\frac{5\,706{,}3}{5\,857{,}1}$ x 100 = 97,4 %

Acetaldehyd-Aufwand für 100 kg Reinbutol $\frac{5\,857{,}1}{4\,661{,}9}$ x 100 = 125,6 kg

Butolausbeute d.Th.

| | |
|---|---|
| In der Butolkolonne erhalten | 4 661, t |
| Aldolaufwand hierfür | 5 208,7 t |
| theoretisch möglich Butol | 5 143,9 t |

Ausbeute d.Th. $\frac{4\,661{,}9}{5\,143{,}9}$ x 100 = 90,65 % d.Th.

-2-

Im Mai wurde die Produktion [illegible]

Die Acetaldehyd - und Materialausbeute lingen [illegible] den gleichen Gründen unter normal.

Der Acetaldehydaufwand pro 100 kg Butol sowie die [illegible] liegen etwas günstiger als im Vormonat, weicnen jedoch [illegible] ähnlich von den Normalwerten ab.

[illegible]

Monatsbericht der Aldolhydrierung
Mai 1942

a) Aldolhydrierung

Im Berichtsmonat schwankte die stündliche Belastung der Aldolhydrierung zwischen 7 und 9 m³ Reinaldol/Stunde.

Die Hydrierung lief, von kleineren Störungen abgesehen, im allgemeinen einwandfrei, nur das im Vormonat bei Kammer 3 erwähnte Schiefliegen des Ofen infolge schlechter Flüssigkeitsverteilung, machte Schwierigkeiten. Aber bei Kammer 3 trat die schiefe Lage auch bei Kammer 1 und dann bei Kammer 2 auf. Bei Kammer 3 und Kammer 1 wurde nach den Abstellen der große Deckel geöffnet und dabei festgestellt, daß der Verteilerring unterhalb des Deckels und der Verteilerboden weitgehend verstopft waren. Es handelt sich dabei um Teile von Kupferstrumpfen aus den Flüssigkeitsfilter zwischen Ofen und Vorwärmer und Teile der Flugervorgekommen der Einspritzpumpen. Sehr wahrscheinlich war es nun so, daß diese Fremdkörper einen Teil des Verteilerbodens außer Funktion setzten und so die schlechte Verteilung hervorriefen.

In Zukunft wird ohne die Flüssigkeitsfilter mit den Kupferstrumpfen gefahren. Dafür wird hinter der Einspritzpumpe ein Filter ähnlich dem an der Saugseite der Umlaufpumpen eingebaut werden.

Kammer 1 lief bis zum 26. Mai. Ab 16. Mai wurde das Reinaldol nicht mehr über den Aldolvorwärmer angefahren, sondern zwischen Regenerator und Ofen in den Gasstrom eingespritzt in unter Umgehung des Verteilerbodens die schiefe Lage des Ofens zu bekämpfen. Leider ohne nachhaltigen Erfolg.

- 2 -

- 3 -

| Kammer 1 | Kontaktperiode 4 |
|---|---|

Dauer: 26.3. - 26.5.42 = 62 Arbeitstage

Durchsatz: 5102 t Reinaldol = 648 faches Kontaktvolumen

Höchstbelastung: 4,6 m³ Reinaldol/Stunde

Ausbeute beste anfangsausbeute an Reinbutol 97,1 % d. Theorie
Endausbeute 85,2 % "
durchschnittliche Ausbeute 91,4 % "

| | | bezogen auf Rohbutol | bezogen auf Reinbutol |
|---|---|---|---|
| Reinbutol | Gesamtproduktion 203,0 = 3,9 % | | 9,8 % |
| | Höchste Tagesleistung 4,8 = 4,8 % | | 6,7 % |
| | Endausbeute 17,9 = 2,3 % | | 3,4 % |
| Rohbutol | 130,6 = 2,5 % | | 3,7 % |

Temperaturverlauf von Anfang bis Ende der Kontaktperiode:

| | | |
|---|---|---|
| Gasgemisch | Gas | 35 - 65° |
| | Aldol | 30 - 55° (65°) |
| Ofenwandung | | 56 - 170° |

Kammer 2 hat bis Ende des Monats das 450 fache Kontaktvolumen hydriert. Die Butolausbeute lag trotz Durchnahme der Belastung auf 2,5 m³ Reinaldol/Stunde bei ca. 83 %, sodaß die Kammer Anfang Juni abgestellt werden muß. Vermutlich läßt auch hier eine schlechte Flüssigkeitsverteilung infolge Schiefliegens des Ofens mit Schuld an dem schlechten Ergebnis dieser Kontaktperiode.

Kammer 3 lief Anfang des Monats noch zur Nachhydrierung von Rohbutanol. Vom 12. - 14. Mai lief der Ofen normal zur Hydrierung von Reinaldol. Auch hier wurde das Aldol wie bei Kammer 1 zwischen Regenerator und Ofen eingeführt um festzustellen, ob sich bei dieser Fahrweise ebenfalls die schiefe Ofenlage einstellte. Da dies der Fall war, wurde der Ofen schon nach 3 Tagen wieder abgestellt.

- 3 -



Am 19. Mai wurde der Ofen mit 5 439 kg BSB-Kontakt [illegible] 17/18 (18,0 % Cu, 0,88 % Cr) frisch gefüllt und am 23. Mai angefahren. Die Kammer lag von Anfang an schlecht, die Ausbeute ging schon Ende des Monats auf 68 % zurück, angenscheinlich wieder infolge schlechter Flüssigkeitsverteilung, da der Ofen sehr schief lag. Wir versuchten hier nochmals das Aldol zwischen Regenerator und Ofen einzuspritzen und hatten diesmal Erfolg. Die Butolausbeute stieg von 68 % wieder auf fast 94 % an.

Kammer 4 lief störungsfrei während des ganzen Monats. Das durchgesetzte Kontaktvolumen betrug das 305 fache, die Butolausbeute ca. 92 %, die tägliche Belastung 3,2 m³ Reinaldol/Stunde.

b) Rohbutanolnachhydrierung

Bis 9. Mai einschließlich wurde Rohbutanol in Kammer 3 nachhy-

Am 19. Mai wurde der Ofen mit 5 439 kg BBF-Kontakt 5 17/18 (18,0 % Cu, 0,08 % Cr) frisch gefüllt und am 27. Mai angefahren. Die Kammer lag von Anfang an schlecht, die Ausbeute ging schon Ende des Monats auf 88 % zurück, augenscheinlich wieder infolge schlechter Flüssigkeitsverteilung, da der Ofen sehr schief lag. Wir versuchten hier nochmals das Aldol zwischem Regenerator und Ofen einzusetzen und hatten diesmal Erfolg. Die Butolausbeute stieg von 88 % wieder auf fast 94 % an.

Kammer 4 lief störungsfrei während des ganzen Monats. Das durchgesetzte Kontaktvolumen betrug das 305 fache, die Butolausbeute ca. 92 %, die tägliche Belastung 5,2 m³ Zeimaldol/Stunde.

b) Rohbutanolnachhydrierung

Bis 5. Mai einschließlich wurde Rohbutanol in Kammer 3 nachhydriert. Die Schwefelsäureprobe war durchweg gut, während sich die anfangs gute Permanganatzahl gegen Schluß verschlechterte.

Vom 14. - 22. Mai wurde in Kammer 5 nachhydriert. Der schon einmal mit dem gleichen Ergebnis wie oben verwendete BBF-Kontakt wurde vor dem Anfahren mit 5 %iger Phosphorsäure getränkt. Die Qualität des erhaltenen Rohbutanols war wiederum die gleiche wie oben erwähnt.

c) Technikum

In dem 100 cm³ Ofen wurden die Versuche der Nachhydrierung von Rohbutanol fortgesetzt. Ein ausgebauter, nicht reaktivierter Kontakt, der mit Phosphorsäure getränkt wurde, ergab bisher die besten Resultate. Der günstigste Versuch wird im 1 l - Ofen wiederholt.

Im 1 l - Ofen wurde die Prüfung der reaktivierten Kontakte auf ihre Brauchbarkeit für die Hydrierung von Aldol beendet. Zwei Sendungen (12 und 16) sind für die Hydrierung geeignet, während die Sendung 15 unbrauchbar ist.

gez. Reinuel

gez. Haag

gez. B...

110,200,112,230,232,235

2. Juni 1942
1/255/Pr.

542

## Bilanz der Aldolhydrierung

| | | | |
|---|---|---|---|
| In Betrieb | X 1 | 1. - 26. 5. 42 | |
| | 2 | 1. - 31. 5. 42 | |
| | 3 | 12. - 14. u. 23. - 31.5.42 | |
| | 4 | 1. - 31. 5. 42 | |

| | | | |
|---|---|---|---|
| Reinaldol | Eingang | 6 905 | t |
| Rohbutol | Produktion u. Abgabe | 7 083 | t |
| Mehrerzeugnis | | 101,5 | t |
| " | d. Theorie | 98,9 | % |

### Analysen

| Reinaldol | | | Rohbutol | | |
|---|---|---|---|---|---|
| 72,02 % | Aldol 100 % | 5 030,5 t | 67,92 % | Butol 100 % | 4 810,7 t |
| 4,90 % | Acetaldehyd | 342,3 t | 5,87 % | Sprit | 415,8 t |
| 1,97 % | Croton | 137,6 t | 4,12 % | Butanol | 291,0 t |
| 2,96 % | Rückstand | 206,8 t | 2,96 % | Rückstand | 209,7 t |
| 18,15 % | Wasser | 1 267,8 t | 18,13 % | Wasser | 1 355,0 t |
| 100,00 % | | 6 985,0 t | 100,00 % | | 7 083,0 t |

### Ausbeute

| | | | | | |
|---|---|---|---|---|---|
| Theoret. Menge | Reinbutol | 5 145,7 t: | 4 810,7 t | = 93,5 % | d. Th. |
| " " | Sprit | 358,0 t: | 415,8 t | = 116,1 % | " " |
| " " | Butanol | 145,5 t: | 291,0 t | = 200,5 % | " " |
| " " | Rückstand | 210,0 t: | 209,7 t | = 99,9 % | " " |
| " " | Wasser | 1 303,4 t: | 1 355,0 t | = 104,0 % | " " |
| | | 7 162,6 t | | | |

| $H_2$ - Zusatzlak | | $H_2$ - Verbrauch | |
|---|---|---|---|
| Aldol | 115,2 t | Butol | 107,7 t |
| Acetaldehyd | 15,7 t | Sprit | 18,2 t |
| Croton | 7,9 t | Butanol | 11,4 t |
| Rückstand | 3,2 t | Rückstand | 3,1 t |
| | 142,0 t | | 140,2 t |

**Wasserstoffverbrauch**

| | | |
|---|---|---|
| errechnet für 6 985 t Reinaldol | 1 620 000 Nm³ $H_2$ 97,5 % | (d=0,119) |
| für Entspannung (80 % $H_2$ im Kreislaufgas | 202 000 | " |
| für Auffüllung von K 3 | 6 000 | " |
| für Butanolnachhydrierung | 4 000 | " |
| | 1 832 000 Nm³ $H_2$ 97,5 % | |
| | = 113,1 % d. Th. | |
| **tatsächlich verbraucht** | 1 998 700 Nm³ $H_2$ 97,5 % | |
| | = 123,4 % d. Th. | |
| **[illegible] Kreislaufgas-Reinigung** | 171 100 Nm³ | |
| **[illegible] Spülgas verbraucht** | 24 900 Nm³ | |

**[illegible] Reinaldolerzeugung**

| | | | |
|---|---|---|---|
| **[illegible]** | K 3 | 1. - 9. 5. 42 | |
| | K 3 | 14. - 22.5. 42 | |
| **[illegible]** | | **Eingang** | 405,9 t |
| **[illegible]** | | **Produktion u. Abgabe** | 417,9 t |

gez. Reindel

gez. Haag

gez. Bub

110, 112, 200, 230, 232

I/52/Dr.

## Monatsbilanz April 1942
## Bericht über die Aldol - Butolanlage

### Acetaldehyd-Äquivalent der Produktion

| | | | | | |
|---|---|---|---|---|---|
| 4 889,7 t | Reinbutol | x 0,9776 | = | 4 780,2 t | Acetaldehyd |
| 434,5 t | Sprit | x 0,9562 | = | 415,5 t | " |
| 304,4 t | Butanol | x 1,1888 | = | 361,9 t | " |
| 8,5 t | Hexanol | x 1,2927 | = | 11,0 t | " |
| 5 637,1 t | | | | 5 568,6 t | Acetaldehyd |

### Acetaldehyd-Verbrauch für Produktion

| | | |
|---|---|---|
| Für 7 553,0 t abgegebenes Reinaldol | 6 116,9 t | Acetaldehyd |
| " 1 000,0 t " " | 831,9 t | " |
| " 1 [illegible] t erzeugtes Rohbutol | 818,8 t | " |
| " 7 [illegible] t verarbeitetes Rohbutol | 6 240,9 t | " |

Acetaldehyd-Ausbeute $\frac{5\,568,6}{6\,240,9}$ x 100 = 89,2 %

Material-Ausbeute $\frac{5\,637,1}{6\,240,9}$ x 100 = 90,3 %

Acetaldehyd-Aufwand für 100 kg Reinbutol $\frac{6\,240,9}{4\,889,7}$ x 100 = 127,6 kg

### Butolausbeute d. Th.

| | |
|---|---|
| In der Butoldestillation erhalten | 4 889,7 t Reinbutol |
| Aldolaufwand hierfür | 5 473,5 t Aldol 100 % |
| theoret. Menge Butol | 5 598,9 t Reinbutol |

Ausbeute d. Th. $\frac{4\,889,7}{5\,598,9}$ x 100 = 87,33 % d. Th.

Im April lag der Aldehydverbrauch nur wenig (3 %) höher als im Vormonat, Reinbutolproduktion und -abgabe dagegen um 1,7 % bezw. 12 % niedriger.

Der Anteil des auswärtigen Aldehyds ging weiter zurück auf 15,6 % des Gesamtverbrauchs (Vormonat 21 %).

b.w.

Infolge der bis Monatsende (27.4.42) anhaltenden schlechten Lage der Hydrierung durch die noch nicht restlos aufgeklärten kontakt-[illegible] Einflüsse, liegen die Butolausbeute und der Aldehydke-[illegible] von 100 kg Butol recht ungünstig. Die schlechtere Durchhydrierung [illegible] unvermeidbare Verluste - hauptsächlich an Alde-hyden, Acetalen und ungesättigten Verbindungen - in der Wasserkolonne der Butoldestillation zur Folge. Dadurch liegen auch die Aldehyd- und [illegible] mit 89,2 bezw. 90,7 % niedriger als es bei normalen [illegible] der Fall ist.

gez. Haag

[illegible] Bub

110, 200, 230, 232, 235, 112

546

## Monatsbericht der Aldolhydrierung
## April 1942

### a) Aldolhydrierung

Die stündliche Belastung der Hydrierung betrug Anfang des Monats 8,5 m³ Reinaldol/Stunde, stieg Mitte des Monats auf 10 – 10,5 m³/h und mußte Ende des Monats infolge Störungen in der Gasabteilung auf 7 m³/h zurückgenommen werden.

Die Qualität des erhaltenen Rohbutols war im abgelaufenen Monat besser, da die Öfen mit Ausnahme der Kammer 3 insbesondere in der 2. Hälfte des Monats etwas besser lagen. Im wesentlichen rührte das daher, daß neue Kammern in Betrieb kamen (Kammer 2 und 4) und besonders in den letzten Tagen des Monats die Öfen nur mit ca. 70 % belastet waren.

Die Untersuchungen auf Schwefel und Chlor in Reinaldol und Rohbutol ergaben im April wesentlich geringere Werte, für Schwefel bis max. 19 mg/kg, für Chlor bis max. 14 mg/kg. Diesen Gehalt an Schwefel bezw. Chlor dürfte nicht zu beanstanden sein.

Kammer 1 lief während des ganzen Monats, teilweise mit einer Belastung von 4,6 m³ Reinaldol/Stunde (2 Einspritzpumpen). Die tägliche Betriebszeit sank bis auf 84,3 %, erholte sich aber infolge Zurücknahme der Belastung auf 2,8 m³/h bis auf 93 %. Bis Ende des Monats hatte die Kammer 3 610 t Reinaldol = 451 faches Kontaktvolumen hydriert.

Kammer 2 lief bis zum 9. April zur Nachhydrierung von Rohbutanol. Anschließend an den Kontaktausbau wurden die alten Trichtereinsätze entfernt und durch Hängersche Augenteinsätze ersetzt.

Der Ofen wurde am 15. April mit 3 714 kg DHB-Kontakt Sdg. 13/17 gefüllt (17,3 % Cu, 0,77 % Cr,) und am 16. April in Betrieb genommen. Die Belastung wurde bis 4,2 m³ Reinaldol/Stunde gesteigert, mußte dann aber gegen Ende des Monats auf 2,8 m³/h zurückgenommen werden. Die Anfangsausbeuten lagen ähnlich wie bei Kammer 1, es gilt auch hier das im März-Bericht über Kammer 1 gesagte.

Aus **Kammer 2** wurde am 4. [illegible]
5 260 kg Kontakt ausgebaut ([illegible]
Schwefel und Chlor). Der Kontaktverlust betrug [illegible]
kleinen Tage wurde die Kammer wieder mit 5 [illegible]
3. 13 (17,3 % Cu, 0,8 % Cr.) [illegible] gefüllt und [illegible]
Betrieb genommen. Der Verlauf dieser 5. Kontaktp[illegible]
gewöhnlich schlecht, sodaß die Kammer nach nur [illegible]
abgestellt werden mußte. Die Temperaturen in [illegible]
lich infolge schlechter Flüssigkeitsverteilung [illegible]
mäßig, und zeigten z. B. am Schuß 6 in einer [illegible]
von 60 - 80°. Da der Ofen dadurch an einer Seite [illegible]
Temperaturen aufwies als auf der anderen, lagte [illegible]
zwar so stark, daß die seitliche Verschiebung [illegible]
25 cm betrug.

**Kammer 2** **Kontaktperiode 2**

**Dauer:** 7. - 21.4.42 = 22 Arbeitstage

**Durchsatz:** 1 534 t Reinöl = 192 fache Kontaktm[illegible]

**Höchstbelastung:** 4,1 $m^3$ Reinöl/Stunde

**Ausbeute** beste Anfangsausbeute an Reinöl

Endausbeute

durchschnittliche Ausbeute

| | | | Reinöl |
|---|---|---|---|
| **Butanol:** | Gesamtproduktion | 34,1 t | = 4,[illegible] |
| | Höchste Neubildung am Schluß der K.P. | | 7,1 [illegible] |
| | Gesamtneubildung | 71,1 t | = [illegible] |
| **Rückstand** | | 30,6 t | = [illegible] |

**Temperaturverhältnisse** von Anfang bis Ende der Kontaktperiode

| | | |
|---|---|---|
| **Ofeneingang** | Gas | 55 - 75° |
| | Alkoi | 55 - 65° |
| **Ofenausgang** | | 50 - 175° |

Anschliessend an [illegible]
rung von Rohbutyrol gefahren. [illegible]
infolge schlechter Viscositätsverhältnisse [illegible]
Butanolfahrweise das Rohbutyrol vor dem [illegible]
atron eingespritzt wird und zusammen mit dem [illegible]
der Verteilerboden also umgangen wird, liegt [illegible]
dass der Flüssigkeitsverteilerboden irgendwie die [illegible]
lung im Ofen bewirkt. Nach dem Kontaktaufbau soll [illegible]
Deckel des Ofens gehoben und die Lage des Verteil[illegible]
liert werden.

**Kammer 4** wurde am 19. April abgestellt. Der mit [illegible]
Kontakt gefüllte Ofen wurde, wie schon im Märzbericht [illegible]
letzten Wochen nur der Aufrechterhaltung der Produktion [illegible]
im Betrieb gelassen. Er hätte eigentlich wegen [illegible]
Butolausbeute schon früher abgestellt werden müssen.

## Kammer 4 Kontaktperiode 3

**Dauer:** 13.2. - 19.4.42 = 66 Arbeitstage
**Durchsatz:** 5 760 t Reinöl/a = 720 fache Kontaktvolumen
**Höchstbelastung:** 4,4 m³ Reinöl/Stunde
**Ausbeute:** beste Anfangsausbeute an Reinöl [illegible]
Endausbeute [illegible]
durchschnittliche Ausbeute [illegible]

| | | | Rohöl | Reinöl |
|---|---|---|---|---|
| **Butanol:** | Gesamtproduktion | 209,6 t | = | 4,9 % |
| | Höchste Neubildung am Schluß der K.P. | | | 10,4 % |
| | Gesamtneubildung | 211,7 t | = | 3,6 % |
| **Höchstandl.** | | 129,2 t | = | 3,2 % |

**Temperaturanstieg** von Anfang bis Ende der Kontaktperiode

**Ofeneintritt:** Gas 98 - 99°
" Öldampf 47 - 89°
**Ofenaustritt:** 93 - 166°

Die Butanolausbeute ist zwar zum Schluß sehr stark abgefallen und die Butanolbildung entsprechend angestiegen, trotzdem wurde aber der Beweis erbracht, daß unter gewissen Umständen (Konvertanzöl [illegible]) die Hydrierung des Aldols auch mit reaktiviertem Kontakt sehr gut möglich ist.

Das Gewicht des ausgebauten Kontaktes (20,7 % Cu., 0,71 % Cr., [illegible] und Chlor nicht nachweisbar) betrug 4 064 kg, der Kontaktverlust 574 kg = 15,2 %.

[illegible] lief noch bis 9. April mit Reinaldol. Der Ofen war mit [illegible] reaktivierten Kontakt Bdg. 16 (16,3 % Cu., 0,85 % Cr., [illegible] nicht nachweisbar) gefüllt. Entgegen den recht guten Erfahrungen, die wir mit reaktiviertem Kontakt in Kammer 4 gemacht haben, versagte der Kontakt hier fast vollständig. Die Aldolhydrierung ging von Anfang an, auch bei schwacher Belastung (ca. 1 $m^3$/h), nur unbefriedigend, sodaß Gas- und Aldoleingangstemperaturen sehr stark [illegible] werden mußten. Die Butolausbeute war schlecht (max. [illegible] %) und die Butanolbildung dementsprechend hoch. Die Kammer wurde deshalb nach 10 Arbeitstagen wieder abgestellt.

## Kammer 5 Kontaktperiode 4

[illegible] 31.3. - 9.4.42 = 10 Arbeitstage
[illegible] 273 t Reinaldol = 55 faches Kontaktvolumen
[illegible] 1,25 $m^3$ Reinaldol/Stunde
[illegible] Reine Anfangsausbeute an Reinbutol 85,2 % d. Th.
Butanolausbeute 73,8 % " "
Durchschnittliche Ausbeute 81,8 % " "

| | | | bezogen auf Rohbutol | bezogen auf Reinbutol |
|---|---|---|---|---|
| [illegible] | Butanolreduktion | 24,7 t | = | 8,9 % | 14,7 % |
| | Butanolbildung im Anfang der K.P. | | | 9,6 % | 16,5 % |
| | Butanolbildung | 21,2 t | = | 7,6 % | 12,6 % |
| [illegible] | | 6,9 t | = | 2,5 % | 4,1 % |

[illegible] von Anfang bis Ende der Kontaktperiode:

| | | |
|---|---|---|
| Eingangsgas | Gas | 85 - 110° |
| " | Aldol | 45 - 80° |
| Ausgangsgas | | 100 - 160° |

Nal) die Hydrierung des Aldols auch mit aktivierten Kontakt sehr wohl möglich ist.

Das Gewicht des ausgebauten Kontaktes (20,7 % Cu., 0,71 % Cr., Schwefel und Chlor nicht nachweisbar) betrug 4 964 kg; der Kontaktverbrauch 974 kg = 19,6 %.

**Kammer 4** lief noch bis 9. April mit Reinaldol. Der Ofen war mit 4 118 kg reaktivierten Kontakt Sdg. 10 (16,5 % Cu., 0,06 % Cr., Schwefel nicht nachweisbar) gefüllt. Entgegen den recht guten Ergebnissen, die wir mit reaktivierten Kontakt in Kammer 4 gemacht hatten, verlagte der Kontakt hier fast vollständig. Die Ausbeuten waren nur von Anfang an, auch bei schwacher Belastung (ca. 1 m³/h), sehr schlecht, sodaß Gas- und Aldoleingangstemperaturen sehr stark heraufgesetzt werden mußten. Die Butylenausbeute war schlecht (max. 68 %) und die Butanolausbildung dementsprechend hoch. Die Kammer wurde deshalb nach 40 Arbeitstagen wieder abgestellt.

**Kammer 5 Kontaktprobe 4**

**Zeit:** 9.4.- = 9.4.62 = 10 Arbeitstage

**Durchsatz:** 273 m Reinaldol = 59 fachen Kontaktvolumen

**Durchsatzleistung:** 1,25 m³ Reinaldol/Stunde

**Ausbeute** beste Anfangsausbeute an Reinaldol 86,2 %

Butanolausbeute 73,8 %

durchschnittliche Ausbeute 81,8 %

| | | | Bezogen auf Rohaldol | Reinaldol |
|---|---|---|---|---|
| **Butanol** | Gesamtproduktion | 24,7 t | = 8,9 % | 14,7 |
| | Höchste Tagesleistung an Butanol der K.7: | | 9,6 % | 16,1 |
| | Gesamtausbeute | 81,8 % | = 7,6 % | 12,6 |
| **Butylenol** | | 4,8 % | = 2,5 % | 4,1 |

**Aldolzusammensetzung von Anfang bis Ende der Kontaktperiode:**

| | | |
|---|---|---|
| **Siedegrenzen** | Gas | 83 – 110° |
| " | Aldol | 45 – 80° |
| **Siedegrenze** | | 100 – 160° |

– 5 –

Bei der Unterbrechung des Kontaktes ergab sich dann, daß der Kontakt bei der Reaktivierung im Lo. zu hoch erhitzt und strukturmäßig zusammengesintert war. Durch diese Behandlung hat er dann scheinbar seine Aktivität verloren. Daraus erklärt sich auch, weshalb wir etwa 50 % mehr Kontakt (4112 gegen sonst ca. 3000 kg) in den Ofen einfüllen konnten. Durch das Sintern des Kontaktes ist das scheinbare Gewicht größer geworden.

**b) Rohbutanolnachhydrierung**

**Kammer 1** wurde am 11. April mit 2 800 kg NBB-Kontakt Sdg. 13 (19,5 % Cu., 0,72 Cr., Schwefel nicht nachweisbar, Chlor in Spuren) gefüllt und am 14. April in Betrieb genommen. Anfangs wurde ein Rohbutanol hydriert mit ausgezeichneten Eigenschaften erhalten, nach einigen Tagen verschlechterte sich die Qualität, man war aber trotzdem sofort gerade zur noch typgerechten Butanolqualität bei der Oberfüllzistern erhalten wurde. Die Kammer wurde deshalb am 25. April abgestellt.

In **Kammer 1** wurde dann weiterhin Rohbutanol von 30. April ab nachhydriert. Hier erhielten wir das gleiche Ergebnis wie Kammer 5. Trotzdem vorher zur Hydrierung von Aldol konnten Kontakt brauchte man für ein Butanol mit sehr guten Eigenschaften, die aber nach wenigen Tagen schlechter wurden. Nachdem am 5. Mai der vorhandene Butanolvorrat nachhydriert war, wurde die Kammer abgestellt.

**c) Reinaldol**

In den 100 cm³-Öfen 1 - 3 wurden Versuche zur Nachhydrierung von Rohbutanol ausgeführt, während in 1 Ofen Nr. 7 die vorhandenen Bedingungen reaktivierten Kontaktes auf ihre Brauchbarkeit für die Hydrierung von Aldol geprüft wurden.

gez. Reinold

I. G. FARBENINDUSTRIE AKTIENGESELLSCHAFT LUDWIGSHAFEN A. RH.

Herrn Dir. Dr. Baumann

1/239/R. 24.11.27.Ge/Ge Chemgem. Abt. 5. Dez. 1927

**Betr.: Versuch mit Kupferkontakt Ludwigshafen 1.29**

Wir bestätigen den Eingang Ihres Schreibens vom 27. v. M., in dem wir uns Kenntnis geben, daß Ihr Vertrag mit NBB-Kontakt bereits verbraucht ist. Wir gehen mit Ihnen darin einig, daß die im 1/48 bis jetzt ausser den 6 Ofen gefüllten 16 681 kg NBB-Kontakt lediglich 18 333 dieser Kontakte erhalten, sodass die für diesen Zeitraum noch 16-15 t wir erhalten hatten. Aus Ihrem Brief von Mai bis jetzt noch nicht geliefert wurde, ist daraus, dass wir nicht genügend Ihrer Eigenstatistiken auf lager hatten, im Gantt die einer Inanspruchnahme entsprechende Menge von 12-13 t NBB-Kontakt an verstehen. Es ist daher nicht Ihrer Schreibens vom 8.8.27. erhaltenen, in der die uns mitteilten, dass die Zentral an Spezialeisenstromeln nicht mehr Verwendung, ausserdem für [illegible] Kontaktlieferungen uns aus Ihrem Werk laufe Tromeln einzusetzen wollten, [illegible] mit Ihren Schreiben vom 29.8.27. wissen wir nun im Interesse Ihrer [illegible] Kontaktbestellungen davon in Kenntnis, dass die neue Tromeln übersen [illegible] Demgemäß werde von uns ab jetzt mit der Bestellung einer Angemeldeten [illegible] NBB-Kontakt für die begonnen. Falls wir nichts Gegenteiligen von Ihnen hören, werden wir diese Menge in etwa 2 Tagen als eilgut an die absenden.

Ausserdem sehen wir die Bereitstellung weiterer Kontaktsendungen an je [illegible] zu folgenden Terminen vor: 16.5.28, 15.6.28 und 15.8.28. Bei dringendem Bedarf könnten wir Ihnen gegebenenfalls gegen Ende Juni eine weitere Angemeldete [illegible] verzeichnete machen. Im Hinblick für das 1/48 werden wir Eilgut 1/1 [illegible] Monates Monats übermitteln.

Ihr uns mit Schreiben von 14.4.27 angekündigtes Muster 3 3/4 reaktivierter NBB-Kontakt ist bei uns eingetroffen. Von [illegible] ist [illegible] einer Charge, bei der eine Temperaturerhöhung auf 390° eintrat.

Von den uns am 9.4.27 mit Eingang Hannover 98 147 gesandten [illegible] wurde ein Bruchschnittsmuster zur Bestimmung der organischen [illegible] Untersuchungslaboratorium übergeben. Es wurden dabei folgende Werte für [illegible] Kohlenstoff- bzw. Wasserstoffgehalt ermittelt:

C-Gehalt = 2,22 %
H- " = 0,05 %

**Somit eine unerwünschte Temperaturerhöhung während der Reaktivierung vorhanden.**

+) Erfahrungsgemäß beträgt die Frist von Bereitstellungstermin bis zum Versand 5 - 7 Tage.

gez. Wimmer

**Durchschlag**

552

I.G. FARBENINDUSTRIE AKTIENGESELLSCHAFT LUDWIGSHAFEN A. RH.

wird, soll jedoch nach unserer Erfahrung der Gehalt des [illegible] Kontaktes um 1 % nicht überschreiten. Die Vollendung der [illegible] wurde zur Wiederaufarbeitung [illegible] Rohbutanol von uns [illegible] Nachhydrierung wurde in einem an der [illegible] getrocknet [illegible] 0,97 % erwitzelt. Beim Reaktivierungsprozesse, dieses gemischten [illegible] keine anormalen Temperaturerhöhungen [illegible] sollte es [illegible] lichen Grunde nicht möglich sein, die Ausbeuten [illegible] entsprechenden Kontakte bei [illegible] C-Gehalt von ca. 1 % Garbenaufführen, so bitten wir in den wieder [illegible] Bemerkbarkeitung unter Angabe des Kohlenstoffgehaltes des Kontaktes, damit die Reaktivierung [illegible] durchführen.

Ihren Wunsche entsprechend senden wir in Zukunft solche Chargen [illegible] NBB-Gehalt, bei denen Reaktivierung anormale Temperaturerhöhungen [illegible] Ihnen gesendert mit genauer Fachbezeichnung aufgeben.

Mit Eilbrief

I.G. FARBENINDUSTRIE AKTIENGESELLSCHAFT

gez. Dr. Dr. Baumann gez. Dr. Schumann

gez. Wimmer

**Durchschlag**

110,2.0,112,[illegible]

Bilanz der III. Quartal.

| | | | |
|---|---|---|---|
| **In Betrieb** | K 1 | 1.-3.4.62 | |
| | 2 | 11.-30.4.62 | |
| | 3 | 1.-2.4.,7.-28.4.62 | |
| | 4 | 1.-19.4.,27.-30.4.62 | |
| **Reinaldol** | Eingang | | 7 353 t |
| **Rohbutol** | Produktion u. Abgabe | | 7 471 t |
| **Massenausbeute** | | | 103,6 % |
| | Eigth. | | 99,9 % |

**Analysen**

| Reinaldol | | Rohbutol | |
|---|---|---|---|
| 78,96 % Aldol 100 % | 5564,8 t | 65,03 % Aldol 100 % | 4919,1 t |
| 2,40 " Acetaldehyd | 297,1 " | 0,07 " Butyl | 5,3 " |
| 1,45 " Croton | 179,4 " | 3,17 " Butanol | 239,7 " |
| 2,39 " Butylenol | 179,7 " | 2,39 " Butylenol | 179,7 " |
| 17,82 " Wasser | 1310,5 " | 19,74 " Wasser | 1474,4 " |
| 100,00 " | 7533,0 " | 100,00 " | 7471,1 " |

**Ausbeute**

| | | | |
|---|---|---|---|
| Reinaldol | Eingang | 7 395 t | |
| Rohbutol | Produktion u.Abgabe | 7 471 t | |
| Wasserverbrauch | | 103,6 % | |
| " | d.Th. | 98,9 % | |

**Analysen**

| Reinaldol | | Rohbutol | | |
|---|---|---|---|---|
| 78,96 % Aldol 100 % | 5844,8 t | 65,02 % Butol 100 % | 4918,1 t | |
| 5,40 " Acetaldehyd | 397,1 " | 6,07 " Sprit | 453,7 | |
| 1,43 " Croton | 105,1 " | 5,17 " Butanol | 386,1 | |
| 8,59 " Rückstand | 173,7 " | 3,59 " Rückstand | 173,7 | |
| 17,82 " Wasser | 1310,2 " | 19,74 " Wasser | 1474,4 | |
| 100,00 " | 7333,8 t | 100,00 " | 7471, | |

**Ausbeute**

| | | | | | |
|---|---|---|---|---|---|
| Theoret.Menge | Reinbutol | 3497,7 t | : 4918,1 t | = 89,5 | |
| " " | Sprit | 415,3 " | : 515,3 " | = 123,6 | |
| " " | Butanol | 111,2 " | : 386,8 " | = 347,8 | |
| " " | Rückstand | 178,4 " | : 178,6 " | = 100,1 | |
| " " | Wasser | 1351,8 " | : 1474,8 " | = 108,5 | |
| | | 7553,8 t | | | |

| H2-Anschluß | | H2-Verbrauch | |
|---|---|---|---|
| Aldol | 128,9 t | Butol | 111,2 t |
| Acetaldehyd | 18,2 t | Sprit | 22,4 " |
| Croton | 5,1 t | Butanol | 22,1 " |
| Rückstand | 2,7 t | Rückstand | 2,7 |
| | 149,9 t | | 156,4 t |

-2-

Seite 3

Wasserstoffverbrauch

errechnet für 7 395 t d. Inaktol 1 715 400 m³ H2,97,4 % (4+0,120)

| | | |
|---|---|---|
| für Entspannung (60 Nm³ H2 in Kreislaufgas) | 223 000 | " |
| für Auffüllung von K 3 u. 4 | 8 000 | " |
| für Butanol-Hochhydrierung | 4 000 | " |
| | 1 948 000 m³ H2,97,4 | |
| " | 119,8 % d.Th. | |

tatsächlicher Verbrauch 2 027 200 m³ H2 97,

" 124,4 % d.Th.

errechnete Kreislaufgas-Entnahme 177 600 Nm³

H2 + Stickstoff Verbrauch 55 700 "

**Rohbutanol-Hochhydrierung**

In Betrieb K 4 1.-31.4.42
K 5 14.-23.4.42
K 5 30.4.42

| | | |
|---|---|---|
| Rohbutanol | Eingang | 454,7 t |
| Rohbutanol hydr. | Produktion u.Abgabe | 465,8 t |

gez. Reindel

gez. [illegible]

gez. Bub

---

I.G. FARBENINDUSTRIE AKTIENGESELLSCHAFT

| Ihre Zeichen | Ihre Nachricht vom | Unser Zeichen | Abteilung, Abt. | Ludwigshafen a. Rh. |
|---|---|---|---|---|
| I/355/K. | 21.4.42 | | | 27.4.1942 |

555

Betr.: SBK-Kontakt

Wir entnehmen Ihrem obigen Schreiben, dass Sie infolge auswärtiger betrieblicher Verhältnisse bis auf weiteres ab 1.5.42 monatlich 15 t SBK-Kontakt benötigen. Diese monatlichen Mengen können von uns geliefert werden, die von ca. 12 t SBK-Kontakt wird voraussichtlich Anfang Mai an ste abgesenkt.

Da wir für die Erhöhung der Produktion zur Deckung Ihres Bedarfs an SBK-Kontakt zusätzlich Arbeitskräfte, an denen wir bei Zeit sehr knapp sind, einsetzen müssen, ist es uns nicht möglich, Ihnen im nächsten Monat gebrauchte SBK-Kontakte zusätzlich zu liefern. Wir bitten sie daher, uns erst wieder im Juni den bei Ihnen anfallenden gebrauchten Kontakt zur Konditivierung zu übersenden.

Mit Hitler
I.G. FARBENINDUSTRIE AKTIENGESELLSCHAFT

Chemische Werke H e l l e r
G.m.b.H.
H e r r n
Dr. Seckinghausen.

---

551

Über Produktionsaufnahme der Alkohol-Anlagen [illegible]

Nach Abschreiben und Ergänzen der 7.1./7. Abschnitt II [illegible] jetzigen Verhältnissen folgende Termine für die Alkohol-[illegible]

1) Aldolfabrik: Fertigstellung des
Aldolkontors V: bis zum 1. Okt. 42
" 1. Beginn der Arbeiten [illegible] Errichtung nach Inbetriebnahme [illegible] Aldolkontore V.

2) Butolestillation: Erweiterung der kontinuierlichen Destillation [illegible]
Fertigstellung der Kolonne E: 1. Okt. der [illegible]

3) Hexantriolfabrik: Fertigstellung der Führerkessel 1, [illegible] processor und Drehfilter am 15. Dez. 42
Fertigstellung der gesamten Anlage I. [illegible] ab, für Hexantriol technisch 1. 3. [illegible]
Produktionsbeginn voraussichtlich 1. [illegible]

4) Hydrierofen: Fertigstellung der 700 atü Kontakt [illegible]

5) Zechnikum: Fertigstellung des allgemeinen Destillations-Aggregates 20. April 42.
Versuchs-Aldolisationsaggregat [illegible] 1. Juni 42
Zechnikum-Kreislauf Apparatur [illegible] 1. Mai 42

Es wurde ferner abgesprochen, [illegible] insgesamt 8 Öfen à 600 m³ und [illegible] Inhalt für die Hydrierung erspart [illegible]

Bu[illegible]

---

Monatsbericht der Aldolhydrierung
März 1942

a) Aldolhydrierung

Anfangs des Monats betrug die Belastung der Aldolhydrierung ca. 9,5 m³ Reinaldol/Stunden, mußte aber infolge der Aldolgehalte von 30%, ab auf 8,5 m³/h zurückgenommen werden. Die bereits im Vormonat geschilderten Schwierigkeiten traten auch im März ein. Die Temperaturen auf. Die Ursache der Kontaktschädigung, die [illegible] Substitution in der Qualität des Reinaldols bezw. der Aldehydes [illegible] konnte auch in diesem Monat nicht einwandfrei festgestellt werden.

Im Reinaldol wurden verschiedentlich Chlor und Schwefel [illegible] wie z. B. in den Proben von

[illegible] 31.1.: 0,0002 % Schwefel und 0,065 % Chlor
[illegible] 31.1.: 0,025 % " " 0,027 % " "

Außerdem enthielt der Wasserstoff vorübergehend bis zu einem Kohlenoxyd. Da diese Verunreinigungen nun allein die Kontaktschädigungen verursachen, kann aber wie schon erwähnt noch nicht [illegible] werden. Die Untersuchungen auf Chlor und Schwefel wurden [illegible] April systematisch nicht nur in Reinaldol, sondern auch in [illegible] Vorkontakten.

Kommer 1: die Ende Februar abgestellt wurde lief Anfang des [illegible]

110, 200, 230, 232,235, 112

11. April 1942
I/235/Fr.

557

## Monatsbericht der Aldolhydrierung März 1942

### a) Aldolhydrierung

Anfangs des Monats betrug die Belastung der Aldolhydrierung ca. 9,9 $m^3$ Reinaldol/Stunden, mußte aber infolge der Aldehydlage vom 30.3. ab auf 8,3 $m^3$/h zurückgenommen werden. Die bereits im Vormonat geschilderten Schwierigkeiten traten auch im März vielfach [illegible] auf. Die Ursache der Kontaktschädigung, die wahrscheinlich in der Qualität des Reinaldols bezw. des Aldehydes zu suchen ist, konnte auch in diesem Monat nicht einwandfrei festgestellt werden.

Im Reinaldol wurden verschiedentlich Chlor und Schwefel gefunden, so z. B. in den Proben von

22. - 28.3. 0,0002 % Schwefel und 0,053 % Chlor
30. - 31.3. 0,0024 % " " 0,027 % "

Außerdem enthielt der Wasserstoff vorübergehend bis zu etwa 0,2 % Kohlenoxyd. Ob diese Verunreinigungen nun allein die Kontaktschädigungen verursachen, kann aber wie schon erwähnt noch nicht gesagt werden. Die Untersuchungen auf Chlor und Schwefel werden im April systematisch nicht nur im Reinaldol, sondern auch im Rohbutol fortgesetzt.

Kammer 1, die Ende Februar abgestellt wurde lief Anfang des Monats zur Nachhydrierung von Rohbutanol. Nach dem Kontaktaufbau wurde sie am 12.3. mit 5 700 kg BUK-Kontakt Sendung 11 und 13 gefüllt (Durchschnittsanalyse der Füllung: 18,9 % Cu, 0,85 % Cr.) und am 26.3. in Betrieb genommen. Bis Ende des Monats war die Kammer mit 3,6 $m^3$ Reinaldol/h belastet und lag in Ausbeute und Qualität gut, jedoch läßt sich schon am Anfang der Kontaktperiode übersehen, daß die Lage nicht so gut ist, wie sie sonst bei guten Kontaktperioden zu sein pflegt. So ging z.B. die Höchstausbeute an Butol am Anfang nicht über 97 % hinaus, während sonst für einige Tage Werte von 98 und 99 % erhalten wurden.

Kammer 2 lief während des ganzen Monats mit geringem Durchsatz (maximal 2 $m^3$/h). Sie wurde am 27.3. abgestellt und anschließend zur Nachhydrierung von Rohbutanol herangezogen.

Übersicht: Über den Verlauf der 6. Kontaktperiode:

Dauer: 1.-28.12.41 und 9.2.-27.3.42 = 75 Arbeitstage

Durchsatz: 3 585 t Reinaldol = 448 faches Kontaktvolumen

Höchstbelastung: 3,6 $m^3$ Reinaldol/Stunde

Ausbeute: beste Anfangsausbeute an Reinbutol 98,5 %
Endausbeute 87,2 %
Durchschnittliche Ausbeute 93,9 %

| | | | bezogen auf Rohbutol | Reinbutol |
|---|---|---|---|---|
| Nebenprodukte: | Gesamtproduktion | 134,4 % | 3,7 % | 5,3 % |
| | Höchstneubildung am Schluß der K.P. | | 4,5 % | 6,6 % |
| | Gesamtneubildung | 80,9 % | 2,2 % | 3,2 % |
| Höchstwerte: | | 86,4 % | 2,4 % | 3,4 % |

Temperaturverhältnisse: von Anfang bis Ende der Kontaktperiode

| | |
|---|---|
| Ofenmitte: | Gas 58 - 69° |
| | Alcol 37 - 58° |
| Ofenausgang | 80 - 124° |

Da der Ofen auch in dieser 6. Kontaktperiode nur ein recht mäßiges Gemisch geliefert hat, werden nach dem Kontaktwechsel die alten Tonerdetreibsätze gegen Bürgersche Segmenteinsätze ausgetauscht (vgl. Ofen-Bericht).

Kammer 3 lief Ende des Monats bei reduzierter Belastung (ca. 2,5 $m^3$ Reinaldol/Stunde), so schlecht, daß sie am 2.4. trotz einer Lebensdauer von erst 38 Tagen abgestellt werden mußte.

Übersicht: Über den Verlauf der 4. Kontaktperiode

Dauer: 24.2. - 2.4.42 = 38 Arbeitstage

Durchsatz: 2 791 t Reinaldol = 349 faches Kontaktvolumen

Höchstbelastung: 4,0 $m^3$ Reinaldol/Stunde

Ausbeute: beste Anfangsausbeute an Reinbutol 98,6 %
Endausbeute 75,0 %
Durchschnittliche Ausbeute 92,8 %

**Butanol:**

| | | | monatlich | [illegible] |
|---|---|---|---|---|
| Gesamtproduktion | 117,4 t | = | 4,1 % | 5,0 % |
| Höchste Neubildung am Schluß der K.P. | | | 11,6 % | 20,7 % |
| Gesamtneubildung | 81,9 % | = | 2,9 % | 4,2 % |
| **Rückstand:** | 57,2 t | = | 2,0 % | 2,5 % |

**Temperaturverteilung** von Anfang bis Ende der Kontaktperiode

| | | |
|---|---|---|
| Ofeneingang | Gas | 55 - 73° |
| | Aldol | 55 - 63° |
| Ofenausgang | | 95 - 175° |

**Kammer 4** fiel zwar im letzten Drittel des Monats in der Butanolausbeute stark ab (bis auf 95 %) und stieg dementsprechend in der Butanolneubildung auf ca. 7 %, wurde aber aus Gründen der Aufrechterhaltung der Produktion in Betrieb gelassen. Die Kammer hat bis Ende des Monats 4 625 t Rohaldol (= 578 faches Kontaktvolumen) hydriert, was infolge der Füllung mit reaktivierten Kontakt unter den derzeitigen Umständen als recht gutes Ergebnis zu bezeichnen ist.

**Kammer 2** lief die ersten 4 Tage des Monats noch mit Rohaldol und wurde anschließend zur Nachhydrierung von Rohbutanol verwendet.

b) **Rohbutanolnachhydrierung**

In **Kammer 1** wurde von 1. - 6.3. Rohbutanol nachhydriert im Anschluß an die Rohaldolhydrierung der 3. Kontaktperiode. Die Qualität des hydrierten Rohbutanols war gut.

Ebenso wurde in **Kammer 3** Rohbutanol vom 4.-7.3. nachhydriert; das Ergebnis ist bereits in Fabrikationsbericht vorweggenommen. Die im Anschluß daran vorgenommene Tränkung des Kontaktes mit 5 [illegible] Phosphorsäure-Lösung, von der wir einen günstigen Einfluß auf die Spaltung der Butanole erwarteten, brachte jedoch nicht der erhofften Erfolg. Das am 23. und 24.3. hydrierte Rohbutanol zeigte zwar hohe Permanganatwerte, jedoch eine sehr schlechte Schwefelsäureprobe. Der Kontakt wurde anschließend ausgebaut; es wurden 2 858 kg entleert. Der Verlust an Kontakt betrug 169 kg = 5,6 %. (In Betrieb: 13 Tage für Rohaldol und 15 Tage für Rohbutanolhydrierung).

Infolgedessen wurde die [illegible]
gebaut sondern nur Kohlenwasserstoffe herausgezogen. [illegible]
hydrierten Sohöltanol mit Petroleumwerten von etwa [illegible]
einer Schwefelsäurefarbzahl von 1 - 1 erhalten. Die [illegible]
Labor ergab gute Raffination.

Insgesamt wurden im Monat März 407 t Sohöltanol hydriert.

110,112,200,230,232

13. April [illegible]
1/[illegible]

## Monatsbilanz März 1942

## Gesamtausbeute der Aldol-Butolution.

**Acetaldehyd-Äquivalent der Produktion**

| | | | | |
|---|---|---|---|---|
| 4 972,9 | Reinbutol | x | 0,9776 | 4 861,5 t [illegible] |
| 371,2 | Sprit | x | 0,9562 | 354,9 t " |
| 182,9 | n-Butanol | x | 1,1808 | 224,9 t " |
| 6,7 | sek. " | x | 1,1808 | 8,0 t " |
| 5 539,7 | | | | 5 449,0 t Acetaldehyd |

**Acetaldehyd - Verbrauch für Produktion**

| | | |
|---|---|---|
| Für 7 191,0 t abgegebenes Reinaldol | | 5 920,9 t Acetaldehyd |
| 1 000,0 t " " | | 824,2 t " |
| 1,000,0 t erzeugtes Rohbutol | | 809,9 t " |
| 7 554,0 t verarbeitetes Rohbutol | | 5 956,0 t " |

Acetaldehyd-Ausbeute $\frac{5\,449,0}{5\,956,0} \times 100 = \underline{\underline{91,5\ \%}}$

Material-Ausbeute $\frac{5\,539,7}{5\,956,0} \times 100 = \underline{\underline{93,0\ \%}}$

[illegible] $\frac{5\,956,0}{4\,972,0} \times 100 = \underline{\underline{119,8\ \%}}$

**[illegible] d.Th.**

| | |
|---|---|
| Aus der Destillation erhalten | 4 972,9 t Reinbutol |
| Aldolanteil hierfür | 5 444,8 t Aldol 1:[illegible] |
| Theor. Menge Butol | 5 569,5 t Reinbutol |

Ausbeute d.Th. $\frac{4\,972,9}{5\,569,5} \times 100 = \underline{\underline{89,3\ \%\ d.Th.}}$

Die Produktion verteilte sich im Monat März 42 zu 79 % auf Aldolanlagen und zu 21 % auf Carbidaldehyd hauptsächlich von Mitteldeutschland. Das Verhältnis hat sich somit gegenüber dem Vormonat mit 58 : 42 wesentlich zugunsten von Hüls verschoben. Die Reinbutolproduktion stieg auf 93,3 % der bisher höchsten Produktion im Oktober 41.

Die Ausbeuten lagen knapp normal. Sie muß auf die Aldol [illegible] 89,3 % sie im Vormonat unter Durchschnitt liegt [illegible] Aldolhydrierung enthaltenden schlechten Verhältnisse, [illegible] Monatsbericht des Betriebes ausführlich [illegible] Aldol [illegible] bisher vorliegenden Analysen des Reinaldols [illegible] neben geringen Schwefelwerten wie 2 - 24 mg/kg [illegible] daß sich Mengen von 55 kg Schwefel angeben, die [illegible] zugeführt werden. Die Kontakte [illegible] größer Wahrscheinlichkeit auf den Schwefelgehalt [illegible]

-2-

zurückzuführen. Über den Verbleib des Schwefels [illegible] der Hydrierung kann erst später etwas angesagt werden, [illegible] nügend Analysenmaterial vorliegt.

Herr Obering. Dr. [illegible]
an Herrn Obering. Dr. Geisler,

HG 139.

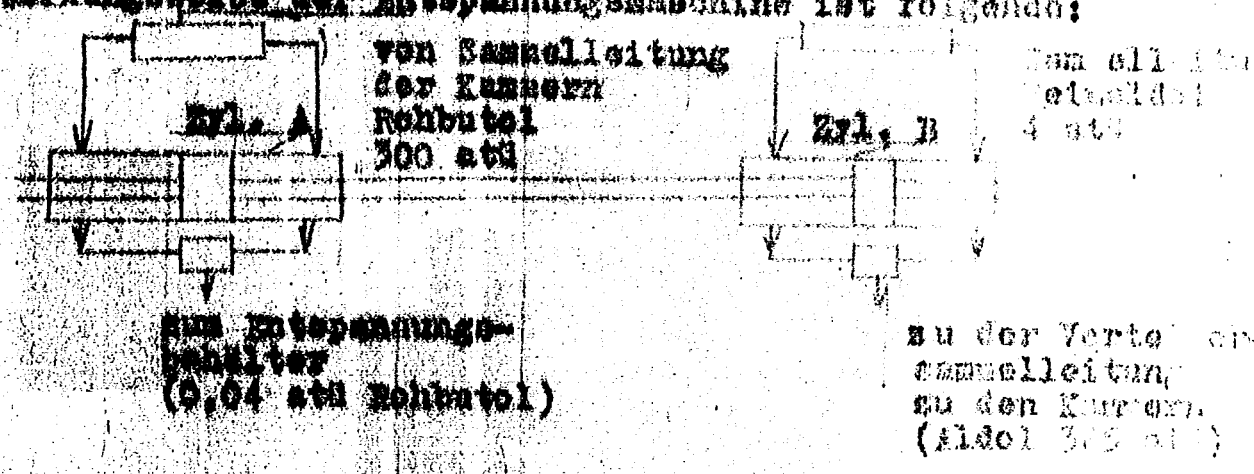
Herrn Dr. [illegible]

II/4220/HG 250 [illegible]

HG 258, Wiedergewinnung der im Rohbutol der Hydrierung [illegible] Energie.

Die mit Hilfe der H2-Kompressoren eingebrachte Energie in den [illegible] der Hydrierung kann dadurch ausgenutzt werden, dass bei der Entspannung des Rohbutols eine Entspannungsmaschine eingeschaltet wird, der mit Hilfe des aus der Kammer kommenden Druckes die Kompression des Reinöldols vorgenommen wird.

Die Wirkungsweise der Entspannungsmaschine ist folgende:




In den Zylinder A wird von der Sammelleitung der Kammern (Druck [illegible] 300 atü) über ein Steuerorgan das Produkt geleitet und gibt dort der jeweils beaufschlagten Kolbenseite seine Energie ab. [illegible] Kolbenstange verbundene Kolben des Zylinders B etwas kleiner im Messer als der des Zylinders A ist, wird der hier erzeugte Druck höher werden als im Zylinder A. Die Grösse des Kolbens in Zylinder [illegible] wird so zu bemessen sein, dass eine Druckesteigerung im abgehenden Produkt von ca. 30 atü erzeugt wird. Die infolge der Verschiedenheit der Kolbendurchmesser verlorenen gegangene Energie muss durch eine Hilfspumpe (regelbar) aufgebracht werden.

Die Entspannungsmaschine kann für jede beliebige Leistung, wie sie in der Aldolhydrierung gefordert wird, gefahren werden.

Die Energieersparnisse errechnet sich folgendermassen:

Nehmen wir an, ca wären zur Erfüllung der geforderten Produktion notwendig:

4 Öfen mit je 4 $m^3$/m Öldol,

so werden hierfür benötigt

4 Einspritzpumpen zu je 55 KW,

Energieverbrauch/h: 220 KW/h.

Unter der Annahme, dass 80% dieser Energie wiedergewonnen werden können, ergibt die Verwendung einer Entspannungsmaschine die Ersparnis von

ca. 170 KW/Std. =

4100 KW/Tag.

Die durch Verringerung der Reparaturkosten an den Einspritzpumpen entstehenden Kosten können nicht festgelegt werden, da keine Vergleichswerte der neuen Maschine vorliegen. [illegible] jedoch annehmen, dass 4 Steuerventilen an 2 Zylindern [illegible] Reparaturen erfordern als 12 Steuerventilen an 12 Zylindern. Dann fallen bei den Entspannungsmaschinen die Arbeiten [illegible] wie Motore, Kolbringe, Kurbelwellen mit Lagern, [illegible] usw. Ein weiterer Vorzug der Entspannungsmaschine [illegible] dass für die benötigte Zeit- ist der ausserordentlich [illegible] Stromverbrauch, der verschwindend klein ist und [illegible] etwa 3-4 kg betragen kann.

Für die Sicherheit des Betriebes ist es erforderlich, [illegible] 2 Maschinen aufgestellt werden.

Um eine Kalkulationsunterlage zu erhalten, bitte [illegible] struktion der hier vorgeschlagenen Maschine.

Fiatyer

D. 110,200,230,232,235

**[illegible] D-Baumann**

**[illegible] Monatsbilanz Februar 1942**

**Gesamtausbeute der 'Idol - Butolei[illegible]**

**[illegible]-Äquivalent der Produktion**

| | | | |
|---|---|---|---|
| [illegible] t Reinbutol | x | 0,9776 | 3 [illegible]12,1 t |
| [illegible] t Sprit | x | 0,9562 | 218,8 t |
| [illegible] t Butanol | x | 1,1888 | [illegible]63,4 t |
| [illegible] t Hexanol | x | 1,2927 | [illegible],1 t |
| [illegible] t | | | 4 295,4 t |

**Acetaldehyd-Verbrauch für Produktion**

| | |
|---|---|
| [illegible] t abgegebenes Reinaldol | 4 [illegible]1,8 t |
| [illegible] 000,0 t " " | 815,3 t |
| 1 000,0 t erzeugtes Rohbutol | [illegible],9 t |
| 3 939,0 t verarbeitetes Rohbutol | 4 762,5 t |

Acetaldehyd-Ausbeute $\frac{4\,295,4}{4\,762,5} \times 100 = 90,[illegible]$

Material-Ausbeute $\frac{4\,358,2}{4\,762,5} \times 100 = 91,[illegible]$

Acetaldehyd-Aufwand pro 100 kg Reinbutol $\frac{4\,762,5}{3\,896,4} \times 100 = 122,1$ %

**Gesamtausbeute d. Theorie**

| | |
|---|---|
| In der Butoldestillation erhalten | 3 [illegible],6 t |
| Aldolaufwand hierfür | 4 [illegible],2 t |
| Theoret. Menge Butol | 4 [illegible],4 t |

Ausbeute d. Th. $\frac{3\,[illegible],4}{4\,[illegible],4} \times 100 = 83,[illegible]$ d.Th.

Im Februar wurde die Produktion zu 58 % mit Nüll-Aldehyd und zu [illegible] % mit anwärtigem Aldehyd gedeckt. An Reinbutol wurden zum 7. [illegible] bisher höchsten Produktion im Oktober 41 hergestellt.

Aldehyd- und Materialausbeute lie[illegible] etwas unter [illegible] zum Teil infolge etwas höheren Wi[illegible]gehalts alles [illegible].
Infolge mehrfacher Störungen in der Aldolhydrierung [illegible]

bedingter Versuchsbetrieb [illegible] mit 89,9 % mäßig. Hierzu hat allerdings zur Zeit [illegible] beabsichtigte erhöhte Butanolproduktion in einer [illegible] gen.

Im übrigen verlief die Fabrikation in der Aldol-Butanolstufe, trotz der durch die Kälte hervorgerufenen Erschwernisse zufriedenstellend.

gez. Hay

gez. [illegible]

# 110, 200, 230, 232, 235, 111 567 I/232/M 3. 3. 42

Herrn Dir. Dr. Baumann

| Ch.V.H. | TP - Büro |
|---|---|
| Eing. 11. MRZ. 1942 | |
| Nr. | Rd. |

**Monatsbericht der Aldehydierung Februar 1942.**

**a) Aldehydierung.**

Anfangs des Monats liefen Kammer 1 und 3 mit einer Gesamtbelastung von 3,2 m³/h Aldol. Da die Aldehydfabrik Ende Januar wieder in Betrieb kam und starke Aldehydzufuhren von auswärts erfolgten, mußte die Hydrierung ab 4. 2. erheblich vorfahren und erreichte am 12. einen Verbrauch von 9,3 m³/h Reinaldol. Um diese Menge aufnehmen zu können, wurden die Kammern 2 und 4 angefahren. Nachdem Ofen 3 herausgenommen war, mußte ab 19. noch weiter vorgefahren werden bis auf 11,4 m³/h, wobei die Kammer 5 noch herangezogen wurde; gegen Ende des Monats hatte das Aldehydlager soweit ab- und das Butellager entsprechend zugenommen, daß die Belastung wieder auf 9,9 m³/h Reinaldol reduziert werden konnte.

Während des Berichtsmonats machten sich in der Hydrierung Einflüsse geltend, die auf eine mindere Qualität des Reinaldols bzw. des verarbeiteten Aldehyds und auf eine für die Hydrierung nachteilige Zusammensetzung des Aldols schließen lassen. Vom 10.2. ab war an zwei Öfen eine erhebliche Temperatursteigerung erforderlich, die einem steilen Abfall der Butolausbeute nach sich zog. Der Verdacht auf Verunreinigungen im auswärtigen Aldehyd z.B. Cl, S ließ sich nicht einwandfrei bestätigen, ebenso genügte der geringe aber deutliche Anstieg an Bromverbrauchern im Aldehyd- deutlich erkennbar am Rückaldehyd (vgl. Monatsbericht d. Aldolfabrik)- nicht, um die Verschlechterung in der Hydrierung erklären zu können. In der Zeit vom 5. 2. - 17. 2. lag der Aldehydgehalt im Reinaldol unter 4 % teilweise sogar unter 3 % und es ist früher schon beobachtet worden, daß bei dieser Zusammensetzung eine stärkere Butanonbildung auf Kosten der Butolausbeute einsetzt. Vom 2. auf 3. März war bei einem Aldehydgehalt von rund 3,8 % im Aldol derselbe Effekt festzustellen. Deshalb soll im Reinaldol der Restaldehydgehalt von 4 % möglichst nicht unterschritten werden. Es ist leicht einzusehen, daß der Verarbeitung in stärkerer Konzentration bei einem Produkt, das derart leicht Wasser abspaltet wie Reinaldol, gewisse Grenzen gesetzt sind, wenn man

eine möglichst niedrige Butanolneubildung erreichen will, jedoch ist damit die durch Tit-eranstieg bedingte vorhin geschilderte Erhöhung der Ofentemperaturen nicht erklärt. In der Nacht vom 23. auf 24. 2. trat bei vier laufenden Öfen wiederum ein Titeranstieg bis maximal 4,0 auf, somit eine deutliche Kontaktschädigung, für die bisher eine Ursache nicht gefunden werden konnte. Der CO-Gehalt im Wasserstoff lag im Februar im allgemeinen normal bei 0,001 - 0,0015 %, nur kurzzeitig wurden Werte über 0,05 bis maximal 0,6 % erreicht, weil in der Gasabteilung Versuche mit der Stickstoffwäsche vorgenommen wurden. Da bei BBE-Kontakt die Schädigung durch CO reversibel ist, dürften diese kurzzeitigen Versuche auf die Hydrierung ohne wesentlichen Einfluß geblieben sein.

Kammer 1, die mit Sterneinsätzen versehen ist, fiel ab 10. 2. in der Ausbeute von 94 % stark ab auf 85,6 % am [illegible] und mußte abgestellt werden. Am 14. 2. wurde die Kaltgasstelle 6 stark undicht, ließ sich aber soweit wieder abdichten, daß die Kammer zu Ende gefahren werden konnte.

Übersicht über den Verlauf der 3. Kontaktperiode

| | |
|---|---|
| Dauer: | 9.11. - 28.12.41 und 8.1. - 28.2.42 [illegible] Betriebstage |
| Durchsatz: | 6704 t Reinaldol = 838 faches Kontaktvolumen |
| Durchschnittsleistung: | 4,15 m³ Reinaldol/Stunde |
| Ausbeute: | beste Anfangsausbeute an Reinbutol 98,1 % d.Th. |
| | Endausbeute 85,6 " " " |
| | durchschnittliche Ausbeute 94,9 " " " |

| | | | bezogen auf Rohbutol | bezogen auf Reinbutol |
|---|---|---|---|---|
| Butanol: | Gesamtproduktion | 227,6 t | = 3,[illegible] % | 4,8 % |
| | Höchste Neubildung am Schluß der K.P. | | 6,[illegible] " | 10,9 " |
| | Gesamtneubildung | 112,4 t | = 1,[illegible] " | 2,3 " |
| Rückstand: | | 165,3 t | = 2,3 " | 3,4 " |

Temperaturanstieg von Anfang bis Ende der Kontaktperiode

| | |
|---|---|
| Ofeneingang Gas | 55 - 70° |
| " Aldol | 35 - 60° |
| Ofenausgang | 86 - 150° |





Im großen und ganzen gesehen war al[illegible] der ab 10. 2. einsetzenden Schädigungen ist das Ergebnis dieser Kontaktperiode recht befriedigend. Außerdem lag die Kammer während durch infolge des Fliegerangriffs 11 Tage lang still. Das Urteil über die Sterneinsätzen kann allerdings zunächst nur so lauten, daß sie mindestens ebensogut sind wie die Bürgerschen Einsätze. Der Mehr an 500 kg Kontakt gegenüber andern Einsätzen fällt nicht ins Gewicht.

Der Ofen wurde gewaschen und zum Nachhydrieren von Rohbutol herangezogen, weil K.5 für Aldol in Betrieb genommen werden mußte.

Kammer 2 war seit dem Fliegerangriff am 28. 12. 41 außer Betrieb und wurde erst nach 42tägiger Unterbrechung am 9. 2. wieder angefahren. Nach anfänglich gut liegender Ausbeute (etwa 97 %) trat nach hier ein starker Abfall ein bis auf 86 %. Am 18. 2. wurde ein Kammer in der Gasaufführungsleitung kurz vor dem Ofeneingang so stark undicht, daß vorübergehend abgestellt werden mußte. Der Ofen kam mit verringerter Last (2 m³/h) sofort wieder in Betrieb und erholte sich weitgehend. Am Monatsende betrug die tägliche Ausbeute 94 % bei Belastung mit 1,4 m³/h Reinaldol. Das bis dahin geleistete K. V. war das 317-fache. Die Kammer 2 hat bisher mit den übergenommenen alten Sternsätzen in 5 Kontaktperioden maximal das 444-fache K.V. geleistet, es besteht deshalb der Verdacht, daß an den Einsätzen irgendwas nicht in Ordnung ist. Dieselben sollen beim nächsten Kontaktausbau gegen Bürgersche Segmenteinsätze ausgewechselt werden.

Kammer 3 lag anfangs des Monats mit der Ausbeute bereits unter 90, die Kontaktperiode näherte sich somit ihrem Ende. Deshalb wurde in dieser Kammer der bereits im Oktober 1941 mit regeneriertem Kontakt (Kammer 1) durchgeführte Versuch wiederholt, die Butanolneubildung willkürlich zu steigern durch Erhöhen der Ofeneingangstemperaturen. Das Ergebnis war ähnlich wie beim reaktivierten Kontakt. Bei einer Aldoleingangstemp. von 85° und einer Gaseintrittstemp. von 7[illegible]° stieg die Butanolneubildung auf 9,9 % v. Rohbutol bzw. 9,3 % v. Reinbutol hinauf, sodaß auf 100 kg Butol insgesamt 12,5 kg Butanol - also die geforderte Menge - entfielen. Bei der weiteren Temperatursteigerung auf 94° im Gas stieg die Butanolneubildung auf ca 9,5 bzw. 14,5 % an, sodaß auf 100 kg Butol erheblich mehr Butanol entfiel als gefordert wird. Der Versuch, der 6 Tage umfaßte, hat demnach wiederum bewiesen, daß es möglich ist, diesmal mit normalem BBE-Kontakt, durch Steigerung

der Ofeneingangstemperaturen, die zusätzliche Butanolbildung willkürlich zu steigern ohne eine Erhöhung des Butolrückstandes in Kauf nehmen zu müssen. Am 13. wurde die Kammer abgestellt und für Rohbutanol-Nachhydrierung benützt. Anschließend wurde Kontaktwechsel vorgenommen. Der Kontaktausbau verlief störungsfrei. Gewicht des ausgebauten Kontaktes 5053 kg. Abnahme während der Kontaktperiode 3 13,3 %.

<u>Übersicht</u> über den Verlauf der <u>3. Kontaktperiode</u>

<u>Dauer:</u> 13.11. - 28.12.41 und 8.1. - 13.2.42 = 83 Arbeitstage
<u>Durchsatz:</u> 5309 t Reinaldol = 734-faches Kontaktvolumen
<u>Durchschnittsbelastung:</u> 4,5 $m^3$ Reinaldol/Stunde
<u>Ausbeute:</u> beste Anfangsausbeute an Reinbutol 99,4 % d.Th.
Endausbeute 79,7 " " "
durchschnittliche Ausbeute 94,1 " " "

| | | bezogen auf Rohbutol | bezogen auf Reinbutol |
|---|---|---|---|
| <u>Butanol:</u> Gesamtproduktion | 227,2 t = | 3,8 % | 5,45 % |
| Höchste Neubildung am Schluß der K.P. (Versuch) | | 11,3 " | 19,8 " |
| Gesamtneubildung | 126,2 t = | 2,1 " | 3,0 " |
| <u>Rückstand:</u> | 142,6 t = | 2,4 " | 3,4 |

<u>Temperaturanstieg</u> von Anfang bis Ende der Kontaktperiode

| | | |
|---|---|---|
| Ofeneingang Gas | 55 — | 85° |
| " Aldol | 42 — | 84° |
| Ofenausgang | 92 — | 150° |

Zieht man die durch den Fliegerangriff verursachte Unterbrechung von 10 Tagen in Betracht sowie die stark wechselnde Belastung des Ofens und die Heranziehung zu dem Versuch der zusätzlichen Butanolbildung, so muß das Urteil über diese Kontaktperiode ähnlich wie bei Kammer 1 als recht befriedigend lauten.

Am 21. 2. wurde der Ofen neu beschickt mit 5539 kg BBE-Kontakt Sendung 11 (18,8 % Cu; 0,77 % Cr; 0,064 % Fe) und am 24. wieder in Betrieb genommen.

<u>Kammer 4</u> stand seit 11.12.41 mit reaktivierter Kontaktfüllung in Bereitschaft. Sie wurde am 13.2. angefahren und mußte wegen der Störungen an den andern Kammern und der geforderten Produktionssteigerung innerhalb von 5 Tagen auf Vollast (4,4 $m^3$/h) gebracht werden.

Trotz dieser forcierten Beanspruchung hielt sich die Ausbeute recht gut bis gegen Monatsende wahrscheinlich infolge der bereits erwähnten Schädigung am 23./24. ein deutlicher Abfall eintrat. Die Belastung lag am Monatsende bei 4,2 $m^3$/h bei einer Ausbeute von 94,3 %. Anscheinend ist der reaktivierte Kontakt nicht mehr so wiederstandsfähig gegen störende Einflüsse als frischer BBE-Kontakt.

Kammer 5 wurde nach der am 15. 2. abgebrochenen Nachhydrierung von Rohbutanol mit BBE-Kontakt neu beschickt und zwar mit 3027 kg Sendung 11 (Analyse wie bei Füllung Kammer 3). Es war beabsichtigt den Ofen mit diesem Frischkontakt für die nächste Butanolnachhydrierung einzusetzen, er wurde jedoch bei der gesteigerten Produktion für die Aldolhydrierung gebraucht und erstmals hierfür in Betrieb genommen. Beginn 20. 2.. Die Anfangsausbeute lag bei 98,0 %, sie betrug am 3.3. also nach 12 Arbeitstagen noch 96,0 %. Da die Schwierigkeiten mit den andern Kammern anfangs März behoben waren und die Produktion etwas gedrosselt werden konnte, wurde Kammer 5 abgestellt, um den Kontakt für die Butanolnachhydrierung ausprobieren zu können. Die durchgesetzte Aldolmenge betrug 506 t, das 113-fache Kontaktvolumen. Das Verhalten der Kammer bei der Aldolhydrierung war normal.

b) Butanol-Nachhydrierung.

Kammer 5. Wie schon im letzten Monatsbericht erwähnt, wurde Kammer 5 mit frischem BBE-Kontakt beschickt und mit 1 %iger Phosphorsäure getränkt. Angewandt 2997 kg Sendung 8 und 15 kg $H_3PO_4$ als 1 %ige Lösung während des Kontaktfüllens von unten bis oben über den Kontakt gleichmässig verteilt. Die Reduktion wurde somit in Gegenwart dieser geringen Menge Phosphorsäure vorgenommen und ging glatt von statten. Bei der Butanolnachhydrierung v. 13. - 15.2. blieb jedoch der erwartete Effekt aus, es wurden ungenügende Permanganatzahlen von 20 - 50 sek. im Rohbutanol hydriert und eine schlechte Reinfraktion erzielt. Durchgesetzte Menge 189,3 $m^3$ Rohbutanol. Eine Phosphatierung des Kontaktes in seiner ganzen Füllhöhe ist nachteilig. Der Kontakt wurde ausgebaut, der Ofen frisch gefüllt (ohne Phosphatierung) und für Aldolhydrierung in Betrieb genommen. Die daran v. 5. -7. März anschließende Butanolnachhydrierung verlief besser, es ergaben sich Permanganatwerte von 86 - 90 sek. und gute Reinfraktion; ein geringer Acetalgehalt war jedoch im Rohbutanol hydr. immer noch enthalten, sodaß vor der nächsten Nachhydrierung eine Tränkung mit Phosphorsäure im Oberteil der Kontaktfüllung vorgenommen werden soll.

572

Kammer 3 mußte nach dem Fehlschlagen des Versuches in Kammer 5 am 14. 2. nach dem Abschluß der K.P. 3 mit dem gebrauchten Kontakt für Butanol eingesetzt werden. Die Qualität des Rohbutanols hydr. war gut; die Permanganatzahlen lagen anfangs sehr gut bei 200 , gingen gegen Schluß auf 80 - 90 zurück. Durchgesetzte Menge 230 $m^3$ Rohbutanol.

g 110, 200, 230, 232, 235, 111

Herrn Dir. Dr. Baumann

3. 3. 42

**Bilanz der Aldolhydrierung** **Februar 1942**

| | | |
|---|---|---|
| In Betrieb | K 1 | 1. - 28. 2. 42 |
| | " 2 | 9. - 28. 2. 42 |
| | " 3 | 1. - 13. 2. und 24. - 28.2.42 |
| | " 4 | 13. - 28. 2. 42 |
| | " 5 | 20. - 28. 2. 42 |

| | |
|---|---|
| Reinaldol - Eingang | 6 000 t |
| Rohbutol - Produktion u. Abgabe | 6 100 t |
| Mengenausbeute | 100,2 % |
| " d. Th. | 99,0 |

**Analysen**

| Reinaldol | | | Rohbutol | | |
|---|---|---|---|---|---|
| 74,28 % | Aldol 100 % | 4457,2 t | 67,63 % | Butol 100 % | 4125,4 t |
| 4,07 " | Acetaldehyd | 243,0 " | 4,70 " | Sprit | 286,7 " |
| 1,54 " | Croton | 92,4 " | 4,76 " | Butanol | 290,4 " |
| 2,52 " | Rückstand | 151,2 " | 2,52 " | Rückstand | 153,7 " |
| 17,57 " | Wasser | 1056,2 " | 20,39 " | Wasser | 1243,8 " |
| 100,00 % | | 6000,0 t | 100,00 % | | 6100,0 t |

**Ausbeute**

| | | | | |
|---|---|---|---|---|
| Theoret. Menge | Reinbutol | 4457,2 t | 4125,4 t | = 92,6 % d.Th. |
| " " | Sprit | 254,3 " | 286,7 " | = 112,7 " " " |
| " " | Butanol | 97,7 " | 290,4 " | = 297,0 " " " |
| " " | Rückstand | 153,5 " | 153,7 " | = 100,1 " " " |
| " " | Wasser | 1205,1 " | 1243,8 " | = 103,3 " " " |

| $H_2$ - Zuschlag | | $H_2$ - Verbrauch |
|---|---|---|
| Aldol | 100,0 t | 92,4 t |
| Acetaldehyd | 11,3 " | 12,5 " |
| Croton | 5,3 " | 16,0 " |
| Rückstand | 2,5 " | 2,3 " |
| | 119,1 t | 123,2 t |

**Wasserstoffverbrauch**

| | | |
|---|---|---|
| errechnet für 6000 t Reinaldol | 1 405 000 $Nm^3$ $H_2$ 97,6 %ig<br>d = 0,118 | |
| für Entspannung (80 % im Kreislaufgas) | 170 000 | " |
| für Auffüllung v. K 2, 3, 4, 5, | 12 000 | " |
| für Rohbutanol - Nachhydrierung | 8 000 | " |
| | 1 595 000 $Nm^3$ $H_2$ 97,6 %ig<br>= 113,5 % | |
| tatsächlich verbraucht | 1 691 400 $Nm^3$ $H_2$ 97,6 %ig<br>= 120,3 % | |
| gemessene Kreislaufgas-Entspannung | 87 400 N $m^3$ | |
| Hochdruck-Stickstoff verbraucht | 30 000 N $m^3$. | |

**Rohbutanol - Nachhydrierung**

| | | |
|---|---|---|
| In Betrieb | Kammer 5 | 12. - 15. 2. 42 |
| | " 3 | 14. - 18. 2. 42 |

Rohbutanol - Eingang 290 t
" hydr.-Abgabe 291 t

Klay

Ru.

110,111,200,230,232, 7.1.42 1/232/1. 575

**Monatsbilanz Januar 1942**
**Gesamtausbeute der Aldol-Butolstufe.**

**Acetaldehyd-Äquivalent der Produktion.**

| | | | |
|---|---|---|---|
| 1 429,0 t Reinbutol | x 0,9776 | | 1397,0 t Acetaldehyd |
| 111,9 t Sprit | x 0,9562 | | 107,0 t " |
| 73,5 t Butanol | x 1,1888 | | 87,4 t " |
| 1 614,4 t | | | 1591,4 " |

**Acetaldehyd-Verbrauch für Produktion.**

| | |
|---|---|
| für 2005,0 t abgegebenes Reinaldol | 1647,9 t Acetald |
| " 1000,0 t " " | 821,9 t " |
| " 1000,0 t erzeugtes Rohbutol | 809,8 t " |
| " 2127,0 t verarbeitetes Rohbutol | 1722,4 t " |

Acetaldehyd-Ausbeute $\frac{1591,4}{1722,4} \times 100 = 92,4\ \%$

Material-Ausbeute $\frac{1614,4}{1722,4} \times 100 = 93,7\ \%$

**Acetaldehyd-Aufwand für 100 kg Reinbutol** $\frac{1722,4}{1429,0} \times 100 = 120,5$ kg

**Butolausbeute d.Th.**

| | |
|---|---|
| In der Butoldestillation erhalten | 1429,0 t Reinbutol |
| Aldolaufwand hierfür | 1494,2 t Aldol 100 % |
| theoret. Menge Butol | 1528,4 t Reinbutol |

Ausbeute d.Th. $\frac{1429,0}{1528,4} \times 100 = 93,5\ \%$

Die in den Berichtsmonaten sich ergebenden Ausbeuten und Verbrauchszahlen liegen trotz der geringen Produktion alle normal.

gez. Haug

## Monatsbericht der Aldolhydrierung
## Januar 1942

### a) Aldolhydrierung

Am 8. Januar wurde die Aldolhydrierung wieder [illegible], nachdem sie wegen des Fliegerangriffs 11 Tage stillag. Es wurden anfangs 4,5 m³ Reinaldol/Stunde verfahren, um den in der Zwischenzeit angesammelten Vorrat an Reinaldol aufzubrauchen, vom 27. des Monats ab sank der Verbrauch auf 3,2 m³/Stunde, sodaß die im Betrieb befindlichen Öfen 1 und 5 nur sehr schwach belastet werden konnten.

Fast während der ganzen Zeit (bis einschl. 23. Jan.) mußte reiner Wasserstoff gefahren werden, da die Gasaufbereitung erst Ende des Monats wieder in Betrieb kam. Seit Anfang des Monats ist für die Kohlenoxyd-Anzeige im Wasserstoff ein Ultrarot-Analysator vorhanden, der es gestattet 0,001 - 0,1 % CO im Wasserstoff nachzuweisen. Da der Schwelraner Wasserstoff immer mehr als [illegible] % CO enthält, konnte der Rohrreiber erst mit Hülsor Wasserstoff in Betrieb genommen werden; er hat sich bis jetzt sehr gut bewährt.

Über die beiden im Betrieb befindlichen Kammern [illegible] dieses auszusagen. Sie liefern infolge der sehr geringen [illegible] (1,3 bezw. 1,4 m³ Reinaldol/Stunde) störungsfrei [illegible] Butanolneubildung.

### b) Butanolnachhydrierung

In der Kammer 5 wurden vom 15. - 21. Jan. 174 t Rohbutanol [illegible] driert. Da die Qualität des Reinbutanols, das in der Destillation aus dem hydrierten Rohbutanol erhalten wurde, nicht [illegible] war (der Gehalt an Butyraldehyd war wesentlich höher [illegible]) wird der im Ofen befindliche reaktivierte Kontakt ausgebaut, [illegible] soll NNN-Kontakt frisch eingefüllt werden, der mit 1 [illegible] Phosphorsäure getränkt wird.

## Bilanz der Aldolhydrierung — Januar 1942

| | | |
|---|---|---|
| **In Betrieb** | K 1 | 8. - 31.1.42. |
| | " 3 | 8. - 31.1.42. |
| **Reinaldol** | Eingang | 2005 t |
| **Rohbutol** | Prod. u. Abgabe | 2035 " |
| **Mengenausbeute** | | 101,5 % |
| " | d. Th. | 99,0 " |

### Analysen

| Reinaldol | | | Rohbutol | | |
|---|---|---|---|---|---|
| 71,30 % | Aldol 100 % | 1429,6 t | 67,77 % | Butol 100 % | 1379,1 t |
| 5,18 " | Acetaldehyd | 103,9 " | 6,00 " | Sprit | 122,1 " |
| 2,30 " | Croton | 46,1 " | 4,21 " | Butanol | 85,7 " |
| 2,45 " | Rückstand | 49,1 " | 2,45 " | Rückstand | 49,9 " |
| 18,77 " | Wasser | 376,3 " | 19,57 " | Wasser | 398,2 " |
| 100,00 % | | 2005,0 t | 100,00 % | | 2035,0 t |

### Ausbeute

| | | | | |
|---|---|---|---|---|
| Theoret. Menge | Reinbutol | 1462,6 t | : 1379,1 t | = 94,3 % |
| " " | Sprit | 108,7 " | : 122,1 t | = 112,3 " |
| " " | Butanol | 48,8 " | : 85,7 t | = 175,7 " |
| " " | Rückstand | 49,9 " | : 49,9 t | = 100,0 " |
| " " | Wasser | 385,3 " | : 398,2 t | = 103,4 " |
| | | 2055,3 t | | |

| $H_2$ - Zuschlag | | $H_2$ - Verbrauch | |
|---|---|---|---|
| Aldol | 32,7 t | Butol | 30,9 t |
| Acetaldehyd | 4,8 t | Sprit | 5,3 " |
| Croton | 2,7 " | Butanol | 4,7 " |
| Rückstand | 0,8 " | Rückstand | 0,7 " |
| | 41,0 t | | 41,6 t |

578

**Wasserstoffverbrauch**

| | | | |
|---|---|---|---|
| **errechnet** | für 2005 t Reinaldol | 472 000 $Nm^3$ | $H_2$ 96,7 % d=0,128 |
| | für Entspannung (80 % im Kreislaufgas) | 75 000 | " |
| | für Auffüllung von K 1 u. K 3 | 6 000 | " |
| | für Rohbutanol - Nachhydrierung | 4 000 | " |
| | | 557 000 $Nm^3$ | $H_2$ 96,7 % |
| | | = 118,1 % | |
| **tatsächlich verbraucht** | | 656 200 $Nm^3$ | $H_2$ 96,7 % |
| | | = 139,0 % | |
| **Kumulierte Kreislaufgas-Entspannung** | | 4 000 $Nm^3$ | |

**Rohbutanol - Nachhydrierung**

| | | |
|---|---|---|
| **In Betrieb** | Kammer 5 | 15. - 21. 1. 42 |
| | Rohbutanol Eingang | 173,8 t |
| | " hydr. Abgabe | 174,9 " |

Ø 110, 200, 230, 232, 235, 111 I/235/H 21. 1. 42

# Monatsbericht der Aldolhydrierung

## Dezember 1941

### a) Aldolhydrierung

Der stündliche Reinaldolverbrauch betrug Anfang und Ende des Monats 10 $m^3$, vom 6. - 12. des Monats mußte die Belastung infolge Frostkreislaufschwierigkeiten der Gasabteilung auf 8 $m^3$/h zurückgenommen werden. Am 28. Dez. mußte die Fabrikation wegen des Fliegerangriffs abgestellt werden.

Beim Fliegerangriff wurden außer Glas und Holzschäden in der Aldolhydrierung nur ganz geringfügige Schäden an einigen Leitungen und einem 5 $m^3$ - Aluminiumentspannungsgefäß angerichtet, die in kurzer Zeit behoben werden konnten.

Kammer 1, die mit Sterneinsätzen versehen ist, lief störungsfrei bis zum 28. Dez. und hatte bis dahin nach 40 Arbeitstagen insgesamt 3552 t Reinaldol oder das 444 fache Kontaktvolumen hydriert. Die tägliche Butolausbeute betrug bei der Abstellung 95 % die Gesamtausbeute an Butol 96,7 %. Die Butanolneubildung erreichte zum Schluß einen Wert von ca 1,7 % (bez. auf Rohbutol), oder eine Butanolneubildung von 1% bez. auf Reinbutol. Die Kammer liegt also noch sehr gut und wird auch nach dem Wiederanfahren noch ziemlich lange in Betrieb gehalten werden können.

Kammer 2 wurde am 1. Dez. angefahren und lief den ganzen Monat über nur mit schwacher Belastung (maximal 2,5 $m^3$ Reinaldol/Stunde). Nach 28 Arbeitstagen wurden 1355 t Reinaldol (170 faches Kontaktvolumen) hydriert, bei einer täglichen Butolausbeute von 96 % und einer Gesamt-Butolausbeute von 97,3 %. Die zusätzliche Butanolbildung liegt bei 1,7 % bez. auf Rohbutol, bezw. 0,7 % bez. auf Reinbutol (über die gesamte Kontaktperiode gerechnet). Da die Kammer 2 noch sehr jung ist, kann sich hier noch mit einer langen Lebensdauer gerechnet werden.

Kammer 3 lief mit etwa der gleichen Belastung wie Kammer 1 während des ganzen Monats. Nach 46 Arbeitstagen wurden 4289 t Reinaldol (536 faches Kontaktvolumen) hydriert bei einer täglichen Butolausbeute von 90 % und einer Gesamt-Butolausbeute von 96 %. Die Butanolneubildung war vor der Abstellung bis auf 3,5 % bez.

auf Rohbutol gestiegen, die Gesamtneubildung betrug 1,7 % bez. auf Reinbutol. Kammer 3 (mit Bürger'schen Segmenteinsätzen) lag also deutlich schlechter wie Kammer 1 bei ungefähr gleicher Fahrweise. Ein exakter Vergleich ist aber bei der derzeitigen unregelmäßigen Fahrweise noch nicht möglich.

Kammer 4 wurde am 11. Dez. mit 5738 kg reaktiviertem Kontakt Sdg. 9 (18,8 % Cu, 0,9 % Cr) gefüllt und steht unter Stickstoff bereit zur Reduktion da.

b) Butanol - Nachhydrierung

In der Kammer 5 wurden in der Zeit vom 2. - 8. und 11. - 16. Dez. insgesamt 364 t Rohbutanol nachhydriert. Da das zuerst anfallende hydrierte Rohbutanol nicht typgerecht war (Permanganatzahl unter 15 Sekunden) wurde der Kontakt mit freier Phosphorsäure getränkt. Zu diesem Zweck wurden über die Einspritzpumpe 300 Liter 5 %ige Phosphorsäure in den Ofen bei ca 90° eingespritzt, anschließend mit ca 150 Liter Wasser nachgespült und bei 200° getrocknet. Das nach dieser Kontaktbehandlung hydrierte Rohbutanol war in der Qualität einwandfrei.

110, 111, 200, 230, 232

14. Januar 1942
I/252/Fr.

Herrn Dr. E. Badmann

581

**Monatsbilanz Dezember 1941**
**Gesamtausbeute der Aldol - Butolstufe.**

**Acetaldehydäquivalent der Produktion**

| | | | | | |
|---|---|---|---|---|---|
| 4 823,5 t Reinbutol | x | 0,9776 | ⟶ | 4 715,5 t | Acetaldehyd |
| 263,0 t Sprit | x | 0,9562 | ⟶ | 251,8 t | " |
| 115,5 t Butanol | x | 1,1888 | ⟶ | 134,7 t | " |
| 18,1 t Hexanol | x | 1,2927 | ⟶ | 23,4 t | " |
| 5 217,7 t | | | | 5 124,9 t | Acetaldehyd |

**Acetaldehydverbrauch für Produktion**

| | | |
|---|---|---|
| Für 5 617,1 t abgegebenes Reinaldol | 5 480,5 t | Acetaldehyd |
| " 1 000,0 t " " | 820,2 t | " |
| " 1 000,0 t erzeugtes Rohbutol | 814,4 t | " |
| " 6 799,0 t verarbeitetes Rohbutol | 5 536,3 t | " |

Acetaldehyd-Ausbeute $\frac{5\,124,9}{5\,536,3}$ x 100 = 92,6 %

Material-Ausbeute $\frac{5\,217,7}{5\,536,3}$ x 100 = 94,3 %

Acetaldehyd-Aufwand für 100 kg Reinbutol $\frac{5\,536,3}{4\,823,5}$ x 100 = 114,8 %

**Butolausbeute d. Th.**

| | | |
|---|---|---|
| In der Butoldestillation erhalten | 4 823,5 t | Reinbutol |
| Aldolaufwand hierfür | 4 890,3 t | Aldol 100 % |
| Theoret. Menge Butol | 4 994,9 t | Reinbutol |

Ausbeute d. Th. $\frac{4\,823,5}{4\,994,9}$ x 100 = 96,6 %

- 2 -

Die Produktion in der Aldolfabrik wurde im Dezember zu rund 75 % durch Lichtbogenaldehyd, der Rest durch Fremdaldehyd (Knapsack, Wiskenberg) bestritten.

Bei der Ausbeutebereechnung wurde der Verlust durch den Fliegeranangriff nicht eingesetzt, d.h. 74,1 t Acetaldehyd vom effektiven Verbrauch abgesetzt, damit vergleichbare Zahlen errechnet werden. Acetaldehyd und Materialausbeute liegen danach recht gut. Die theoretische Butolausbeute liegt mit 96,6 % weit über Durchschnitt und zwar deshalb, weil in der Hydrierung drei Öfen mit frischer bezw. fast frischer Kontaktbeschickung in Betrieb waren. Dadurch ist auch der Acetaldehydaufwand für 100 kg Reinbutol mit 115 kg erheblich niedriger als sonst. Zum Teil ist dieser günstige Wert auch auf die geringe Bildung von Nebenprodukten in der Aldolfabrik und vor allem auf den niedrigen Gehalt des Reinaldols an Acetaldehyd zurückzuführen (3,02 % im Monatsmittel).

gez. Haag

gez. Bub

110, 200, 230, 232, 235, 111

I/235/M 3. 1. 42

Herrn Dir. Dr. Baumann

583

**Bilanz der Aldolhydrierung** — **Dezember 1941**

| | | |
|---|---|---|
| **In Betrieb** | K 1 | 1. - 28. 12. 41 |
| | " 2 | 1. - 28. 12. 41 |
| | " 3 | 1. - 28. 12. 41 |
| | " 4 | 1. - 2. 12. 41 |

| | | |
|---|---|---|
| **Rohaldol** | **Eingang** | 6617 t |
| **Rohbutol** | **Zwck. u. Abgabe** | 6729 " |
| **Ausbeuteprozente** | | 101,8 % |
| " | d. Th. | 99,4 " |

**Analysen**

**Rohaldol**

| | | | |
|---|---|---|---|
| 74,30 % | Aldol 100 % | 4916,4 t | |
| 3,58 " | Acetaldehyd | 238,0 " | |
| 1,45 " | Croton | 95,0 " | |
| 2,43 " | Rückstand | 160,0 " | |
| 18,00 " | Wasser | 1191,1 " | |
| 100,00 % | | 6617,0 t | |

**Rohbutol**

| | | |
|---|---|---|
| 72,21 % | Butol 100 % | 4859,0 t |
| 4,24 " | Sprit | 285,3 " |
| 2,69 " | Butanol | 181,0 " |
| 2,43 " | Rückstand | 163,5 " |
| 18,43 " | Wasser | 1240,2 " |
| 100,00 % | | 6729,0 t |

**Ausbeute**

| | | | | |
|---|---|---|---|---|
| Theoret. Menge | Reinbutol | 5028,9 t | 4859,0 t | = 96,6 % |
| " " | Sprit | 264,4 " | 285,3 " | = 108,0 " |
| " " | Butanol | 101,4 " | 181,0 " | = 178,5 " |
| " " | Rückstand | 163,5 " | 163,5 " | = 100,1 " |
| " " | Wasser | 1210,5 " | 1240,2 " | = 102,5 " |
| | | 6768,5 t | | |

**Hg - Bilanz**

| | |
|---|---|
| Aldol | 112,5 t |
| Acetaldehyd | 11,6 " |
| Croton | 5,5 " |
| Rückstand | 2,5 " |
| | 132,1 t |

**Hg - Verbrauch**

| | |
|---|---|
| Butol | 108,6 t |
| Sprit | 12,5 " |
| Butanol | 7,9 " |
| Rückstand | 2,4 " |
| | 131,6 t |

**[illegible]**

| | | | |
|---|---|---|---|
| **[illegible]** | für 6617 t Reinaldol | 1 506 000 | $Nm^3$ $H_2$ 97,6 %ig (d = 0,118) |
| | für Entspannung (80 % $H_2$ im Kreislaufgas) | 181 000 | " |
| | für Rohbutanol - Nachhydrierung | 4 000 | " |
| | | 1 691 000 | $Nm^3$ $H_2$ 97,6 %ig = 112,2 % |
| **[illegible]** | | 1 672 300 | $Nm^3$ $H_2$ 97,6 %ig = 111,0 % |
| **[illegible]** | | 73 100 | $m^3$ = ca 110 $m^3/h$ |

**[illegible]**

**[illegible]** **[illegible]** 5 vom 2.-8. 12.41
bis 11.-16.12.41

| | |
|---|---|
| **[illegible]** Eingang | 353,7 t |
| " Laufende Abgabe | 271,6 " |

[illegible]

[illegible]

[illegible]

110,200,232,235

16.12.1941/Tr.

## Kapazität der Hydrierungen Hü - Schko

| Werk | Produkt | Jahre Menge | Größe Hochdruck-Öfen | Anzahl der Hochdrucköfen vorhanden | bestellt | noch vorgesehen | Gesamt Anzahl |
|---|---|---|---|---|---|---|---|
| Hü | Aldol | 95 000 | 300 ℓ 300 atü | 4 | - | - | 4 |
| | | | 300 ℓ 300 " | - | 1 | - | 1 |
| | Butanol | 11 350 Sprit + Wasser | 300 ℓ | - | 1 | - | 1 |
| | Butanol aus höherem Alkoholen | 6 090 | 300 ℓ | - | - | 1 | 1 |
| | Hexanthiol H | 1 800 | 600 ℓ | 1 | - | - | 1 |
| gesamt | | | | | | | 8 |
| Schko soweit zum Mitteilungen von Schko bekannt | Wasserstoffreinigung | ≅6000 m³/h | 1 000 ℓ | 1 | - | - | 1 |
| | Aldol | 95000 | 300 ℓ | 6 | - | - | 6 |
| | Butanol | ≅5000 | 300 ℓ | 1 | - | - | 1 |
| | Hexanthiol H | ≅1000 | 600 ℓ | - | 1 | - | 1 |
| gesamt | | | | | | | 9 |

In allen Werken befindet sich noch 1 500 ℓ Ofen für 300 atü

585

Herrn Dir. Dr. Baumann

[redacted]

[redacted]



[redacted]

Anfang des Monats betrug der stündliche Reinaldelverbrauch 9 m³, nach vorübergehend infolge Wasserstoffmangel auf ca 6 m³ und stieg in der 3. Hälfte des Monats auf 10 m³.

Vom 29. 10.-10.11. wurden dem Aldol geringe Mengen (0,001 %) Aromatenöl zugesetzt. In Gegenwart von Hydrochinon und Phenyl-β-naphthylamin war durch den Zusatz von Brenzkatechin eine Kontaktverschlechterung festzustellen zu können, da die beiden an dieser Zeit im fünften Ofen 3 und 4 zu gleicher Zeit nicht mehr vollständig ausdestillierten. In dieser geringen Menge hat der Brenzkatechin aber noch nicht einwandfrei gestoren 1/4, weitere Versuche in dieser Richtung in der Technikumsapparatur durchgeführt werden, sobald diese betriebsfertig ist.

Durch Zusetzung des Brenzkatechins in Reinaldol (0,0008 %) und in Aldol (0,0004 %) durch das analytische Labor wurde festgestellt, daß der Brenzkatechin vom Kontakt nicht verbraucht wird.

[redacted] wurde nach dem Kontaktwechsel am 5. 11. 41 mit dem neuen Sternmischrohr versehen. Bei diesem Einsatzen ist der Reaktionsraum durch Bleche so unterteilt, daß der Querschnitt des Ofens folgendermaßen aussieht: [redacted]. Nach jedem Rohr ( 2 m Höhendifferenz) sind die Bleche um 22,5° verdreht, so daß jedes Blech über der Mitte des darunter befindlichen Kreuzsteges zu stehen kommt. Dadurch soll erreicht werden, daß an dem Innenmantel herunterlaufende Flüssigkeit beim nächsten Gang wieder auf die Mitte des im nächsten Gange liegenden Kontaktes kommt.

Am 11. 11. 41 wurde der Ofen mit 5998 kg NKM-Kontakt Sendung 7 und 8 (ca 80 % Co und 0,7 % Cu) gefüllt. Infolge der neuen Sternmischrohre konnten dem 300 kg Kontakt mehr gegenüber dem alten bezw. den übrigen neuen Sternmischrohren eingefüllt werden.

Die Anlage hat bis Ende des Monats (18. Arbeitstag) bei einem durchschnittlichen Zeitlinienbeute von 97 % d. Th. das 116 fache Kontaktvolumen an Reinaldol hydriert. Die mengenmäßige Butanolbildung

ist gering (0,2 % bezw. auf Reinbutol über die gesamte Zeit gerechnet), so daß die Kammer bis dahin einwandfrei gearbeitet hat. Ein endgültiges Urteil über die neuen Einsätze kann infolge der kurzen Zeitdauer natürlich noch nicht abgegeben werden, es konnte lediglich festgestellt daß die Flüssigkeitsverteilung und damit die vollständige Hydrierung des Naphthalins bei Belastungen über etwa 3000 l/h bedeutend besser ist als bei kleiner oder mittlerer Belastung. Ein derart auffälliger Unterschied konnte bei den anderen Kammern bisher nicht beobachtet werden.

**Kammer 2** wurde am 21. 11. abgestellt. Wie erwartet (vgl. Monatsbericht Oktober 1941) war diese 5. Kontaktperiode nicht sehr günstig. Der Grund dafür dürften zum Teil die alten Einsätze sein, die eine wahrscheinlich schlechtere Flüssigkeitsverteilung bedingen als die Steger'schen Segmenteinsätze in Kammer 3 und 4.

**Übersicht** über den Verlauf der **5. Kontaktperiode**.

**Kammer** 11. 10. - 21. 11. 41 = 42 Arbeitstage

**Durchsatz** 3549 t Reinaldol = 444 faches Kontaktvolumen

**Stundenleistung** 4,1 m³ Reinaldol/Stunde

**Ausbeute** beste Aufbauausbeute an Reinbutol 98,1 % d. Th.
Mittelausbeute 81,6 " " "
durchschnittliche Ausbeute 92,4 " " "

| | | Rohbutol | bezogen auf Reinbutol |
|---|---|---|---|
| **Anfangsbildung** | Gewichtsverhältnis | 152,0 t = 4,5 % | 6,6 % |
| | Höchste Bildung am Schluß der Kontaktperiode | 4,8 " | 14,4 " |
| | Gesamtbildung | 103,0 t = 2,9 " | 4,2 " |
| **Endbildung** | | 95,0 t = 2,6 " | 3,9 " |

**Temperaturverhältnisse** vom Anfang bis Ende der Kontaktperiode

| | | |
|---|---|---|
| Ofeneingang | Gas | 58 - 75° |
| " | Aldol | 35 - 65° |
| Ofenausgang | | 80 - 143° |

Das Gewicht des am 24. 11. 41 ausgebauten Kontaktes betrug 4572 kg. Da 4000 kg NiO-Kontakt eingefüllt wurden, beträgt der Gewichtsverlust also 412 kg = 8,3 %. Die Analyse des ausgebauten Kontaktes ist folgende:

| | | | |
|---|---|---|---|
| Ni | 28,6 % | vor Einbau | 19,1 % |
| Cu | 0,7 " | " " | 0,6 " |
| Fe | 0,37 " | " " | 0,07 " |
| $Z_2O_3$ | 0 | | |

**Kammer 3** wurde am 1. 11. 41 mit 5826 kg BNE-Kontakt Sendung 7 gefüllt (19,1 % Kupfer, 0,6 % Chrom) und am 13. 11. 41 angefahren (3. Kontaktperiode). Bis des Monats hat die Kammer nach 18 Arbeitstagen 1667 t Reinaldol = 206 faches Kontaktvolumen hydriert, bei einer durchschnittlichen Butanolausbeute von 97,5 % und einer zusätzlichen durchschnittlichen Butanolnachbildung von 0,3 % bez. auf Rohbutanol und 0,43 % bezogen auf Reinbutanol.

**Kammer 4** wurde am 2. 12. 41 abgestellt. Wie die nachfolgende Übersicht zeigt ist die abgelaufene Kontaktperiode recht günstig verlaufen.

**Übersicht** über den Verlauf der **2. Kontaktperiode**

**Zeitraum** 16. 8. - 2. 12. 41 = 95 Arbeitstage

**Durchsatz** 9334 t Reinaldol = 1167 faches Kontaktvolumen

**Stündliche Belastung** 4,9 m³ Reinaldol/Stunde

**Ausbeuten** beste Butanolausbeute am Reinbutanol 98,4 % d. Th.
Durchschnitt 91,3 " " "
Durchschnittliche Ausbeute 94,4 " " "

| | | bezogen auf Reinaldol | bezogen auf Reinbutanol |
|---|---|---|---|
| **Nachbildung** Gesamtnachbildung | 337,7 t = | 3,6 % | 5,1 % |
| davon Nachbildung am Anfang der Kontaktperiode | | 9,0 " | 13,0 " |
| davon Nachbildung | 175,3 t = | 1,9 " | 2,7 " |
| **Nachbildung** | 240,0 t = | 2,6 " | 3,8 " |

**Siedegrenzen** Bereich von Anfang bis Ende der Kontaktperiode
Abnahmegang des 57 - 75°
" Alkohol 38 - 65°
Ölnachgang 82 - 162°

**b) Butanolhydrierung**

Von Mitte 10. - 17. 11. 41 wurden insgesamt 777 t Rohbutanol nachgeschickt. Ein Teil dieses Rohbutanols mußte zweimal über den Kontakt geschickt werden, da dem Rohbutanol größere Mengen Crotonaldehyd (bis zu 20 %) zugemischt waren, so daß das hydrierte Rohbutanol anfangs nicht einwandfrei war. Durch zweimaliges Hydrieren wurde aber auch in diesem Falle tadelloses Butanol erhalten.

110, 111, 200, 230, 232

Monatsbilanz November 1941
Gesamtumbrüte der Aldol-Butolsäure

Original Unterlage
9. Dezember 1941

Herrn Dir. Dr. Baumann

589

**Acetaldehydverbrauch der Butolsäure**

| | | | |
|---|---|---|---|
| 5 [illegible] kg Butylacetal | x | 0,[illegible] | → 4 [illegible],6 kg Acetaldehyd |
| [illegible] kg [illegible] | x | 0,[illegible] | → [illegible] kg " |
| [illegible] kg [illegible] | x | 1,[illegible] | → [illegible] kg " |
| [illegible] kg [illegible] | x | 1,[illegible] | → 11,6 kg " |
| [illegible] kg [illegible] | x | 1,[illegible] | → 11,5 kg " |
| 5 [illegible],1 kg | | | 5 [illegible],3 kg Acetaldehyd |

**Acetaldehydausbeute der Butolsäure**

| | | |
|---|---|---|
| [illegible] kg Butylacetal | 6 [illegible],8 kg Acetaldehyd |
| [illegible] kg [illegible] | [illegible],6 kg " |
| [illegible] kg [illegible] | [illegible],1 kg " |
| [illegible] kg [illegible] | 6 143,- kg " |

Acetaldehydausbeute $\frac{5\ [illegible]\ kg}{6\ [illegible]} \times 100 = 94{,}1\ \%$

Butylacetalausbeute $\frac{5\ [illegible]\ kg}{6\ [illegible]} \times 100 = 95{,}1\ \%$

Acetaldehydverbrauch $\frac{[illegible]}{5\ [illegible]} \times 100 = 120{,}3$ kg

**Butylacetalausbeute d. Th.**

In der Butylacetalfraktion erhalten 5 [illegible] kg Butylacetal
Gleichwertig Alkohol 5 [illegible] kg Alkohol 100 %
Gesamte Menge Butol 5 [illegible],3 kg Butylacetal

Butylacetalausbeute d. Th. $\frac{5\ [illegible]}{5\ [illegible]} \times 100 = 91{,}6\ \%$

Der Verbrauch von Frischalkohol ging im November weiter zurück auf 20,5 % des Gesamtverbrauchs.

Die zahlreichen Anbrüche in der Butylacetalfraktion insbesondere an Sprit und Butanol drücken sich in einer über Durchschnitt liegenden Aldehyd- und Butylalkoholausbeute aus.

Die theoretische Butylacetalausbeute liegt mit 91,6 % recht gut, es ist zu berücksichtigen, daß im Berichtsmonat zwei Entlaugperioden (K II, IV) in der Hydrierung zu Ende gingen.

Gegenüber dem Vormonat ist die Gesamtproduktion der Aldolbutolsäure etwas gestiegen, es wurden 6 [illegible],6 kg Aldehyd verbraucht gegen 6 [illegible],8 kg und 5 096,8 kg Butylacetal produziert gegenüber 5 [illegible],7 im Oktober.

gez. Haag

gez. Bub

990

**Chemische Werke Hüls**
Gesellschaft mit beschränkter Haftung

**Aktennotiz** Nr.

Abt. TAE/2

Tag 1.12.41 Kr.

Verteiler:
200,230,232,238,
311,400,420,4220,
4221.

Betreff HU 341.

3 - DEZ 1941

Infolge der starken Verkrustung der Heizkörper der Kol. I (Rohbutolkolonne) durch Bilikagel reicht bei weiterer Steigerung der Produktion ein Heizkörper für diese Kolonne nicht mehr aus, es müssen also beide Heizkörper in Betrieb genommen werden. Es ist dann nicht mehr möglich die Heizkörper abwechselnd zu reinigen, wie es bisher geschieht. Aus diesem Grunde muss die Kolonne II (bisherige Rohsprittkolonne) so geschaltet werden, dass sie als Reserve für Kolonne I gefahren werden kann. An Stelle von Kolonne II wird Kolonne B als Rohsprittkolonne eingeschaltet. Hierzu ist nachstehende Rohrleitungsführung erforderlich:

1) Das Destillat von Kol. I und von Kol. II muss mittels neu zu verlegender Rohrleitungen in Kol. B eingefahren werden können.
   Das Destillat von Kol. B (Rohsprit) wird über die vorhandene Reinspritleitung und über die Verteilung von Tank B 5 ( Blindscheibe !) nach Tank A 6 in HÜ 244 gepumpt.
   Das Butanolwasser von Kol. B wird über die vorhandene Leitung ins Tanklager gepumpt (Ovalradmesser von Kol. II einbauen !).
   Für Butanol- Rauchs von Kol. B muss eine neue Leitung ins Tanklager gelegt werden.
2) Die zu Kol. I führende Rohbutolleitung erhält nach der Messscheibe für die Ringwaage eine Abzweigung nach Kol. II.
   In die Messwand von Kol. II wird ein Regulierventil und eine Messscheibe mit Durchflussanzeiger eingebaut.
   Die Heizkörper und der Vorwärmer von Kol. II müssen an Hochdruckdampf angeschlossen werden, die Betriebskontrolle muss prüfen, ob hierfür G.S.T.-Membranventile für Hochdruckdampf vorhanden sind, bezw. solche beschaffen.
   Für den Hochdruckdampf muss ein Samson-Druckminder-Ventil (wie für Kol. I) beschafft werden.
   Die Sumpfabgangsleitung von Kol. II wird an die Saugleitung der Pumpe für den Sumpfabgang der Kolonne I angeschaltet (Umschaltung des GST.-Membranventils für den Kolonnensumpf und der Überströmleitung).



0030 10 T. 4120

3) Der auf der Südseite von Kol. II liegende Heizkörper von 30 qm wird durch einen vorhandenen Reserveheizkörper von 100 qm ersetzt. Ferner wird für Kol. II ein zweiter Kondensator von 60q eingebaut.

Um diese Umbauarbeiten bei dem vorhandenen Leutemangel ausführen zu können, werden die Montagearbeiten in MU 360 eingestellt.

Hrch

fr.

110,111,200,250,252.

15. November 1941 /K
I/252

592



Herrn Dir. Dr. Baumann

[redacted]

[redacted]

[redacted]

| | | | |
|---|---|---|---|
| 5 307,7 t Reinbutol | x 0,9776 | ⟶ | 5 188,8 t Acetaldehyd |
| 409,2 t Sprit | x 0,9200 | ⟶ | 391,3 t " |
| 399,5 t Butanol | x 1,1000 | ⟶ | 427,4 t " |
| 26,2 t Hexanol | x 1,2987 | ⟶ | 33,9 t " |
| 7 [redacted] | x 1,1000 | ⟶ | [redacted] " |
| 6 109,6 t | | | 6 049,7 t Acetaldehyd |

[redacted]

| | | |
|---|---|---|
| Für 7 885,0 t abgerebenes Reinalkohol | 6 581,3 t | Acetaldehyd |
| " 1 000 t " " | 832,1 t | " |
| " 1 000 t zurückgewonnenes Reinbutol | 815,0 t | " |
| " 8 137,0 t verarbeitetes Reinbutol | 6 [redacted] t | " |

Acetaldehyd-Ausbeute [redacted] x 100 = [redacted] %

Material - Ausbeute [redacted] x 100 = [redacted]

[redacted] [redacted] x 100 = [redacted]

[redacted]

| | |
|---|---|
| In der Butylenhydrierung erhalten | 5 307,7 t Reinbutol |
| Alkohlzusatz hierfür | 5 764,5 t Aldol 100 |
| theoret. Menge Butol | 5 [redacted] t Reinbutol |

Butylenausbeute 4,2% [redacted] x 100 = [redacted]

- 2 -

In der Aldolfabrik wurde im Oktober die Produktion nur noch zu 22 % durch Fremdaldehyd gedeckt.

Wirtschaftlichkeit und Materialverbrauch lagen normal. Zum Acetaldehydaufwand für 100 kg Rohbutanol dagegen übersteigt mit 125,1 kg den Durchschnittswert von 120 kg erheblich, weil Versuche zur Herstellung von Crotonaldehyd aus Aldol durchgeführt wurden, wobei der Crotonaldehyd größtenteils als Butanol in die Produktion ging, aus dem gleichen Grunde ist die theoretische Ausbeute mit 90 % niedriger als sonst, weil das in Crotonaldehyd überführte Aldol nicht genauer abgerechnet wurde.

Die Produktion an Rohbutanol überstieg im Berichtsmonat erstmalig 300 t. Diese hohe Produktion konnte durch den Anfahren der Kontinuierlichen Butanolrektifikation in 3 Kolonnen ohne Schwierigkeiten bewältigt werden.

Die Gesamtproduktion der Aldol-Butylkette betrug 85 % vorübergehend (3 Tage lang) wegen die volle Leistung des II. Ammes. Gegen Ende des Monats mußte jedoch die Produktion wieder reduziert werden.

gez. Haag

gez. Bub

[illegible] 11.11.41/A

Herrn Dir. Dr. [illegible]

594

## [illegible]

## [illegible]

### [illegible]

Der [illegible] Reinaldoldurchsatz betrug Anfang des Monats ca 5 m³/Std. Am 11. Okt. [illegible] sehr stark ab und stieg dann bis zum 22. Okt. auf den bis dahin höchsten Verbrauch von 12 m³/h. Ende des Monats musste dann der Reinaldoldurchsatz auf 9 m³/Stunde herabgesetzt werden. [illegible] für den hohen Verbrauch von 12 m³/Stunde 4 Kammern in Betrieb genommen werden, da [illegible] Kammer 3 in ihrer Aktivität so stark nachließ, daß ihr eine Belastung von 4 m³ Aldol/Stunde nicht mehr zugemutet werden konnte.

Vom 6. – 20. Okt. wurden dem Reinaldol geringe Mengen [illegible] zugesetzt, die sich in der Hydrierung (wie der Zusatz von Hydrochinon) in keiner Weise bemerkbar machten.

Kammer 1, die mit regeneriertem Kontakt gefüllt zur Nachhydrierung von Rohbutanol verwendet wurde, wurde vom 2. – 9. Okt. zur Hydrierung von Aldol gefahren um die zusätzliche Butanolbildung mit regeneriertem Kontakt zu bestimmen (vgl. Aktennotiz vom 20.10.41 über die Erhöhung der Butanolbildung bei der Hydrierung von Reinaldol). Obwohl die Kammer darauf anschließend nochmals zur Nachhydrierung von Rohbutanol eingesetzt wurde, musste sie vom 24. – 31. Okt. nochmals mit recht gutem Ergebnis zur Aldolhydrierung wegen Bewältigung des oben angegebenen hohen Verbrauchs von 12 m³ Reinaldol/Stunde verwendet werden. Anschließend wurde die Kammer abgestellt, obwohl der Kontakt zur Nachhydrierung von Rohbutanol noch weiter hätte verwendet werden können, weil sie infolge Fertigstellung von Kammer 5 (siehe unten) für die Rohbutanolnachhydrierung nicht mehr benötigt wird und außerdem in diesem Ofen die neuen [illegible] bei der Aldolhydrierung ausprobiert werden sollen.

Die Kammer hat vom 16. Aug. bis 31. Okt. in 19 Arbeitstagen 594 t Rohbutanol (= 107fachen Kontaktvolumen) nachhydriert und in weiteren 16 Arbeitstagen 798 t Reinaldol (= 100fachen Kontaktvolumen) hydriert.

Kammer 2 wurde am 11. Oktober in Betrieb genommen (3. Kontaktperiode) und hat Ende des Monats nach 21 Arbeitstagen 1735 t Rein-

Methanol (= 217 Grahm Kontaktvolumen) hydrierte Anfangsgase und Methanolbildung dagegen nicht so günstig, daß eine lange Begleitperiode erwartet werden kann. Die tägliche Methanolausbeute lag [illegible] g und die Methanolbildung bei 1[illegible] g bzw. auf Kohlenstoff bezogen 3,8 g bzw. auf Kohlenstoff.

[illegible] wurde am 28. 10. 41 abgestellt.

Zusammenfassung über den Verlauf der Kohlenhydrierung

Dauer: 16. 8. - 24. 10. 41 = 74 Arbeitstage

Durchsatz: 6[illegible] l Kohlenoxid = 790 Grahm Kontaktvolumen

Durchsatz pro Stunde: 4,8 m³ Kohlenoxid/Stunde

Ausbeute: Total Anfangsausbeute an Kohlenoxid 90,0 % d. Th.
Mittelwerte 81,8 " " "
Gesamtausbeute 83,8 " " "

Bilanz und Verlust

| | Kohlenoxid | Kohlenstoff |
|---|---|---|
| Ausbeute: Kondensationsprodukte | 149,9 % = 3,9 % | 3,6 % |
| Gasbildung entsprechend der Bildung der Kondensationsprodukte | 7,7 " | 13,0 " |
| Gasverluste | 8,1 " | 3,0 " |
| Verlust | 153,6 % = 8,6 " | 3,7 " |

Zusammensetzung von Gas bei der Kontaktgewinnung

Anfangsgas zur [illegible] 76%
" Mitte [illegible]
Endgas [illegible]

In der Anlage 3 wurden von 28. 9. ab Versuche zur erhöhten Methanolbildung durch Zwischenschaltung (siehe eingangs erwähnte Abhandlung) und am 27. - 28. 10. durch Zufahren von an 10 % Methanolgas (siehe Abhandlung Dr. Ring) angestellt.

Anlage 4 lief während der ganzen Monate störungsfrei, nun jedoch mit einer Belastung von 4,9 m³ Kohlenoxid/Stunde. Um diese Menge Kohlenoxid mit einer Hauptkompressor Pordem zu komprimieren, wurde an der Hauptkompressor 4 die Maximalbelastung von 4,2 m³/Stunde auf ca 4,6 m³/ Stunde dadurch erhöht, daß am Antriebsmotor eine größere

ununterbrochen angebracht wurde.

Die Kammer hat im Mai des Jahres 6127 t Reinsaldol (= 766 Jahres Kontingentum) hydriert mit einer durchschnittlichen Betriebsdauer von 96,6 % (die tägliche Ausbeute betrug noch 94,1 %) und einer Methanbildung von 0,8 % bezogen auf Reinbutyl über die gesamte Kontaktperiode gerechnet. Die Zahlen für die tägliche Methanbildung betragen 2,0 bzw. 3,0 %.

b) Butanolhydrierung

In Kammer 1 wurden vom 15. - 17. 10. XPO t Rohbutanol nachhydriert. Die Qualität war wie früher einwandfrei, trotzdem die Kammer Anfang des Monats nach der Hydrierung von Reinsaldol benutzt wurde.

Die eigentliche Butanolkammer 2 wurde im Laufe des Monats fertiggestellt und am 20. 10. in Betrieb genommen. Der Ofen ist mit neuartigen Segmentsteinen (wie Kammer 3 u. 4) versehen und mit 2000 kg regenerierten Kontakt aus Sendung 4. u. 5 beschickt. Die Kontaktanalyse des Kontaktes ergab folgende Werte:

| | |
|---|---|
| Cu | 19,7 % |
| Cr | 0,05 % |
| Fe | 0,21 % |
| $Fe_2O_3$ | 0,18 % |

# 110, 111, 200, 230, 232, 238. 6. 11. 1941.

[redacted]

Oktober 1941.

Herrn [redacted]

[redacted]

| | | |
|---|---|---|
| [redacted] | : | 8137,0 to. |
| [redacted] 100% | : | 6,5 to. |
| [redacted] | : | 2,5 to. |

[redacted]

| | Wa. Gral. to. | % v. Rohrzucker | Wagenprod. 100% to. | % v. Rohrzucker | % v. Rübenzucker |
|---|---|---|---|---|---|
| a) [redacted] | | | | | |
| [redacted] | 434,4 | 5,3 | 409,2 | 5,0 | 7,7 |
| [redacted] | 44,6 | 3,3 | Bitanoé jenané 399,5 | 4,4 | 6,8 |
| [redacted] | 89,5 | 1,0 | | | |
| [redacted] | 5307,7 | 65,2 | 5307,7 | 65,2 | - |
| [redacted] | * 1379,5 | 14,7 | *1409,0 | 18,3 | 28,0 |
| [redacted] | 309,1 | 3,8 | 309,1 | 3,8 | 5,8 |
| b) [redacted] | | | | | |
| [redacted] | - | - | 309,9 | - | - |
| c) [redacted] | | | | | |
| [redacted] | - | - | 23,0 | - | - |
| [redacted] | 87,9 | aus 497,1 to. [redacted] | | | |

* aus Analyse berechnet.

[redacted]

| | Butol roh % | Butol rein % | Sprit roh % | Butanol roh % | Butanol rein % |
|---|---|---|---|---|---|
| Acetaldehyd | 0,04 | 0,10 | 0,69 | - | - |
| Aceton (also Dimethylketon) | 0,70 | 0,37 | 0,63 | 4,72 | 0,00 |
| Methylaldehyd | - | - | - | 0,12 | 0,05 |
| Butanal (also Butylaldehyd) | 0,14 | 0,16 | 0,04 | 0,06 | 0,07 |
| Methylaldehyd/Butylbutanol | 0,39 | 0,24 | 0,16 | 2,00 | 0,02 |
| Butanol | 18,30 | 0,06 | 7,30 | 20,20 | 0,10 |
| Sprit | - | - | 91,34 | 3,00 | - |
| Butanol | - | - | 0,00 | 66,50 | - |
| Butyr. Essig. Butylin | - | - | - | 3,40 | - |
| Ameisensäure (also Ameisensäure) mg/l | 0,00 | - | 0,00 | - | - |
| Alkaliunlöslich % | - | 3,40 | - | - | 1,50 |

[redacted]

[redacted]

[redacted]

[redacted]

[redacted]

[redacted]

[redacted]

## Bilanz der Aldolhydrierung Oktober 1941

| | | |
|---|---|---|
| In Betrieb | Kammer 1 | 2. - 9. Okt. 41 |
| | " 2 | 24. -31. " " |
| | " 3 | 11. -31. " " |
| | " 4 | 1. -28. " " |
| | | 1. -31. " " |
| Reinaldol | Eingang | 7885 t |
| Rohbutol | Produktion u. Abgabe | 8043 " |
| Mengenausbeute | | 102,0 % |
| " d. Th. | | 99,5 " |

### Analysen

**Reinaldol**

| | | |
|---|---|---|
| 72,24 % | Aldol 100 % | 5696,1 t |
| 4,99 " | Acetaldehyd | 393,5 " |
| 1,89 " | Crotonaldehyd | 149,0 " |
| 3,20 " | Rückstand | 252,3 " |
| 17,68 " | Wasser | 1394,1 " |
| 100,00 % | | 7885,0 t |

**Rohbutol**

| | | |
|---|---|---|
| 68,46 % | Butol 100 % | 5506,2 t |
| 5,68 " | Sprit | 456,8 " |
| 3,89 " | Butanol | 312,9 " |
| 3,23 " | Rückstand | 259,8 " |
| 18,74 " | Wasser | 1507,3 " |
| 100,00 % | | 8043,0 t |

### Ausbeute

| | | | | |
|---|---|---|---|---|
| Theoret. Menge | Reinbutol | 5826,5 t | 5506,2 t | = 94,5 % d.Th. |
| " " | Sprit | 411,5 " | 456,8 " | = 111,0 " " " |
| " " | Butanol | 157,6 " | 312,9 " | = 198,5 " " " |
| " " | Rückstand | 256,2 " | 259,8 " | = 101,4 " " " |
| " " | Wasser | 1431,8 " | 1507,3 " | = 105,3 " " " |
| | | 8083,6 t | | |

### $H_2$ - Zuschlag

| | |
|---|---|
| Aldol | 150,4 t |
| Acetaldehyd | 18,0 " |
| Crotonaldehyd | 8,6 " |
| Rückstand | 3,9 " |
| | 160,9 t |

### $H_2$ - Verbrauch

| | |
|---|---|
| Butol | 123,5 t |
| Sprit | 20,0 " |
| Butanol | 14,2 " |
| Rückstand | 3,9 " |
| | 161,6 t |

**Wasserstoffverbrauch**

| | | | |
|---|---|---|---|
| **berechnet** | für 7885 t Reinaldol | 1 826 000 | $Nm^3$ $H_2$ 98,0 %ig (d = 0,113) |
| | für Entspannung (85 % im Kreislaufgas) | 243 000 | " |
| | für Auffüllung von K 1 | 2 000 | " |
| | für Auffüllung und Reduktion von K 2 | 4 000 | " |
| | " " " " " K 5 | 2 000 | " |
| | | 2 077 000 | $Nm^3$ $H_2$ 98,0 %ig |
| | | = 113,7 % d. Th. | |
| **tatsächlich verbraucht** | | 2 017 500 | $Nm^3$ $H_2$ 98,0 %ig |
| | | = 110,5 % d. Th. | |
| **Gemessene Kreislaufgas-Entspannung** | | = ca | 92 400 $Nm^3$ 124 $m^3/h$ |

**Rohbutanol - Nachhydrierung**

In Betrieb K 1 vom 13. - 17. Okt. 41
K 5 ab 28. Okt. 41 (erscheint in der November-Bilanz)

| | | |
|---|---|---|
| Rohbutanol | Eingang | 231,0 t |
| " | hydr. Abgabe | 229,6 " |

Reinaldol

Klaas

B.

110,200,230,232,235,111.

601

Ch.W.H. | TD-Abt.
Eing. 20. OKT. 1941
Nr. | H. | B. | Rec.

Herrn Dir. Dr. Baumann

18. Oktober 1941 /K
I/235

**Monatsbericht der Aldolhydrierungen September 1941**

a) **Aldolhydrierungen**

Der stündliche Verbrauch an Reinaldol betrug im Monat September meistens gleichmäßig 7,6 - 7,9 $m^3/h$. Am 7. September mußte infolge des Fliegerangriffs vorübergehend auf ca. 5 $m^3/h$ zurückgefahren werden, aber am 12. September war bereits der Normalverbrauch von 7,6 $m^3/h$ wieder erreicht.

Die Kammern liefern im allgemeinen störungsfrei, es machten sich lediglich Schwankungen im Wasserstoffdruck unangenehm bemerkbar. Die in HÜ 442 vorhandenen 2 Kompressoren liefern zwar genügend Wasserstoff für die Hydrierung, aber nicht soviel, daß gleichzeitig auch noch Wasserstoff in Flaschen abgefüllt werden konnte. Nachdem jetzt in HÜ 442 3 Kompressoren zur Verfügung stehen, sind die Druckschwankungen bedeutend geringer und können bei aufmerksamer Bedienung der Kompressoren praktisch ganz beseitigt werden.

Vom 26.8. - 14.9. wurden dem Reinaldol geringe Mengen Hydrochinon zugesetzt, die sich bei der Hydrierung aber in keiner Weise bemerkbar machten.

Kammer 2 lief noch bis zum 5. September. Die Übersicht über die abgelaufene Kontaktperiode ist bereits im August-Bericht mitgeteilt worden.

Kammer 3 lief während des ganzen Monats und hatte bis Schluß des Monats (46. Arbeitstag) das 556-fache Kontaktvolumen an Reinaldol hydriert. Die tägliche Ausbeute an Reinbutol mit 94 % d.Th. und die durchschnittliche Ausbeute über die bis dahin zurückgelegte Kontaktperiode mit 95,4 % d.Th. liegen zufriedenstellend.

Kammer 4 lief ebenfalls während des ganzen Monats. Die entsprechenden Ausbeutezahlen waren 96,8 bzw. 97,5 % d.Th. und lagen also außerordentlich günstig.

b) **Rohbutanolnachhydrierungen**

In der Kammer I wurden vom 5. - 8. und 25. - 29. September insgesamt 402 t Rohbutanol nachhydriert. Qualität und Ausbeute waren einwandfrei.

Die durchschnittliche Analyse des am 30.7.41 (vgl. Monatsbericht von Juli) ausgebauten Kontaktes der 1. Kontaktperiode ergab folgende Werte:

| | | |
|---|---|---|
| Cu | 23,5 % | (eingebauter Kontakt: 21,0 %) |
| Cr | 0,8 % | ( " " 0,74 %) |
| Fe | 0,22 % | ( " " 0,23 %) |
| $P_2O_5$ | 0,018 % | |

Die Zusammensetzung des Kontaktes hat sich also praktisch nicht verändert.

gez. Haag gez. Reindel gez. Bu

110,111,200,230,232.

11. Oktober 1941 /K
I/232

**Monatsbilanz September 1941.**
**Gesamtausbeute der Aldol - Butolstufe.**

**Acetaldehyd-Äquivalent der Produktion**

| | | | |
|---|---|---|---|
| 4 164,8 t Reinbutol | x 0,9776 | ⟶ | 4 071,5 t Acetaldehyd |
| 309,4 t Sprit | x 0,9562 | ⟶ | 295,8 t " |
| 123,7 t Butanol | x 1,1888 | ⟶ | 147,1 t " |
| 4 597,9 t | | | 4 514,4 t Acetaldehyd |

**Acetaldehyd-Verbrauch für Produktion**

| | |
|---|---|
| Für 6 024,0 t abgegebenes Reinaldol | 5 024,4 t Acetaldehyd |
| " 1 000 t " " | 834,1 t " |
| " 1 000 t erzeugtes Rohbutol | 822,2 t " |
| " 5 953,8 t verarbeitetes Rohbutol | 4 878,1 t " |

Acetaldehyd-Ausbeute $\frac{4\,514,4}{4\,878,1} \times 100 = \underline{92,54}$

Material - Ausbeute $\frac{4\,597,9}{4\,878,1} \times 100 = \underline{94,3}$

**Acetaldehyd-Aufwand für 100 kg Reinbutol** $\frac{4\,878,1}{4\,164,8} \times 100 = 117,1$

**Butolausbeute d.Th.**

| | |
|---|---|
| In der Butoldestillation erhalten | 4 164,8 t Reinbutol |
| Aldolaufwand hierfür | 4 305,0 t Aldol 100 % |
| theoret. Menge Butol | 4 404,0 t Reinbutol |

Ausbeute d.Th. $\frac{4\,164,8}{4\,404,0} \times 100 = \underline{94,6\ \%}$

Der verarbeitete Aldehyd stammte zu 31 % von auswärts (Mückenberg, Lumpenwk, Lessa) und zu 69 % aus hiesiger Fabrikation.

Die Ausbeuten liegen durchweg sehr gut, insbesondere die Reinbutol-Ausbeute mit 94,6 % d.Th., verursacht dadurch, daß die Aldolhydrierung mit zwei neuen Kontaktfüllungen lief.

Die Butolproduktion betrug mit 4 165 t 69 % der Menge des II. Ausbaus.

gez. Haag

Bd

# 110, 111, 250, 230, 232, 238.

4. Oktober 1941.



**Bilanz der Destillationen**

**September 1941**

Herrn Dir. Dr. Baumann

**Rohstoffe**

| | | |
|---|---|---|
| Rohstoff | : | 5933,0 t |
| Mischungs 100% | : | 3,0 t |

**Destillate**

| | Vol. proz. % | % Rohstoff | Vorprod. 100% % | % Rohstoff | % Reinbutol |
|---|---|---|---|---|---|
| a) Vortin.Destill. | | | | | |
| Sprit | : 340,2 | 5,9 | 309,4 | 5,2 | 7,4 |
| Butanol | : 224,1 | 3,8 | 125,7 | 2,1 | 3,0 |
| Reinbutol | : 4164,8 | 70,2 | 4164,8 | 70,2 | - |
| Sumpf | : x979,9 | 16,5 | x1071,0 | 18,0 | 25,7 |
| Mischsumpf | : 149,9 | 2,5 | 149,9 | 2,5 | 3,6 |
| Destill.Verlust | : 50,9 | 0,9 | - | - | - |
| b) Lösungs.Destill. | | | | | |
| Reinbutanol | : - | - | 85,5 | - | - |
| Methanol | : 48,2 | aus 382,4 t Methanol. | | | |

x aus Analysen berechn., da Reparatur an Wasserbestimmung des Destillates.

**Analysen**

| | Butol wsk % | Butol rein % | Sprit wsk % | Butanol wsk % | Butanol rein % |
|---|---|---|---|---|---|
| Acetaldehyd | : 0,04 | 0,09 | 0,57 | - | - |
| Acetal/u.Diäthylacetal | : 0,51 | 0,26 | 0,99 | 3,45 | 0,00 |
| Butyraldehyd | : - | - | - | 0,13 | 0,05 |
| Ester/u.Benzoester | : 0,08 | 0,14 | 0,04 | 0,05 | 0,08 |
| Butanal/Butylalk. | : 0,24 | 0,18 | 0,15 | 1,01 | 0,01 |
| Wasser | : 18,10 | 0,57 | 7,30 | 12,20 | 0,08 |
| Sprit | : - | - | 91,00 | 3,27 | - |
| Butanol | : - | - | 0,40 | 67,00 | - |
| Höher sied. Anteile | : - | - | - | 4,00 | - |
| Amin/u.Aethylamin mg/l | : 0,00 | - | 0,00 | - | - |
| Nichtflüchtige % | : - | 3,90 | - | - | 0,90 |

[illegible]

770,0 t Rohspiritus aus Kartoffelstärke,
9,5 t " aus Kleinen Mengen,
779,5 t Spirit 100% aus Äthylenalkohol,

19,7 t Rohäthanol aus I.G. Ma.
20,1 t " aus I.G. Le.
197,1 t " aus Ludwigsh.
19,1 t " aus Monsp.

[illegible] t Äthanol,
" t Spirit 100%.

19. September 1941 /K
X/938

[illegible]

[illegible]

[illegible] → 5 610,9 t Acetaldehyd
[illegible] → 897,5 t "
[illegible] → 811,8 t "
4 199,5 t Acetaldehyd

[illegible] Einzelheiten

[illegible] 4 300,9 t Acetaldehyd
" 897,5 t "
[illegible] Rohmaterial 817,9 t "
[illegible] Rohhexyl 4 397,5 t "

[illegible] $\frac{4\,199{,}5}{4\,397{,}5} \times 100 = 95{,}5$ %

[illegible] $\frac{[illegible]}{[illegible]} \times 100 = [illegible]$ %

[illegible] $\frac{[illegible]}{[illegible]} \times 100 = 122{,}4$ %

[illegible]
[illegible] 3 701,85 t Butylen
[illegible] 3 979,5 t Alkohol 100 %
[illegible] 4 066,4 t Butylen

[illegible] $\frac{[illegible]}{[illegible]} \times 100 = [illegible]$ %

[illegible] 1.) Das Ministerium des Innern [illegible] 20 % durch [illegible] die [illegible] Landesverwaltung.

[illegible] 2.) Das war also im Juli, weil in der Qualität [illegible] die Bewegung eingetreten war und weil in der [illegible] 3 [illegible] eine Schiff.

[illegible] 4.) Alle Betriebe erreichte rund 62 % des [illegible] 25.[illegible] entsprechend 26 000 Jato Zucker.

gez. Haag

gez. Bub

[illegible] 230, 232, 235, [illegible] I/235/M 15. 9. 41

608

[illegible]rn Dir. Dr. Baumann

[illegible]

| | TD - Büro |
|---|---|
| Eing. 22. SEP. 1941 | |
| Nr. | II. 8. Reg. |

[illegible]

[illegible] zu Beginnen hatte zu Anfang des Monats 6,8 m³ [illegible] und stieg bis Ende des Monats bis auf 7,0 m³/Stunde [illegible] als maßgebend der vollen Leistung der Magnetit-[illegible] wurde konstant. Mitte des Monats ging die Produktion [illegible] infolge vorzeitiger Abstellung der Kammer 4 (siehe [illegible] vom 26. u. 27.8. infolge Wasserstoffmangels wegen [illegible] von Magnetitrückständen in der Gasbildung. Das Öl war in [illegible] von gleichbleibender Qualität mit Ausnahme der Monatsmenge, [illegible] eines Öldestillates ziemlich viel Öldämpfe gebildet [illegible] eine merkliche Verschlechterung der Kontakte zur Folge hatte.

[illegible] die am 16.7.41 angeführten wurde, lief während des ganzen [illegible] verwendete Intensivbildung die im Juli (vgl. Monatsbericht [illegible] Anfang August noch sehr gering war, stieg etwa vom 5.8. ab [illegible] einen angereicherten schlechten Öldampf mehr Wasch- und Gerüchlich [illegible] Monate, obwohl die Verschlechterung des Öldampfes nur vorüber-[illegible] war, einen Anteil von über 8 % bezogen auf Rohbutol. Da [illegible] Gasmengenmessung noch, wurde die Kammer am 5.9.41 ab-

[illegible] über den Verlauf der [illegible]

[illegible] (6.7.-5.9.41 = 91 Arbeitstage)

[illegible] 1000 t Reinöl = 400 Cubem Kontaktvolumen

| | | | |
|---|---|---|---|
| [illegible] | | 10,2 % d. Th. | |
| [illegible] | | 82,4 " " " | |
| [illegible] | | 92,6 " " " | |
| [illegible] | 107,2 t | = 4,5 % bez. | auf Rohbutol |
| | | = 6,8 " " " | Reinbutol |
| [illegible] | | = 8,5 " " " | Rohbutol |
| [illegible] | | = 13,7 " " " | Reinbutol |
| [illegible] | 105,5 t | = 4,0 " " " | " |
| [illegible] | 104,1 t | = 2,5 " " " | Rohbutol |
| | | = 3,9 " " " | Reinbutol |

[illegible] von Anfang bis Ende des Kontaktes

| | |
|---|---|
| [illegible] | [illegible] |
| " Alkohol | [illegible] |
| [illegible] | [illegible] |

[illegible] der die [illegible] Menge [illegible] und hat [illegible] (= 75 Atom Isobutylen) [illegible] mit [illegible] % Öl und die [illegible] [illegible] und Isobutan [illegible] gut.

[illegible] den Versuch durchgeführt, der leider [illegible] durchgeführt war den Gedanken, daß die [illegible] Isobutan die Kondensationsbildung [illegible] durch der Katalyse begünstigen, versuch- [illegible] es auf den Zusatz in dem gelang, daß [illegible] [illegible] Verunreinigungen abzufangen. Es die- [illegible] in dem Adsorbiter enthaltenen Aktiv-Verunreiner [illegible]. Durch Vorschalten von Reguliervorrichtungen und [illegible] kann nun dem Filter in den Ofen dem [illegible] beständigen Verdampfung und verstopft ihn [illegible] einem einmaligen Durchgang bis zu Öl mehr durch- [illegible] Ein er mehr Anfangsdrucken abgerollt werden.

Das Verfahren der Isobutylenkondensation [illegible] = 10 Atmosphären [illegible] = 100 Stunden Kontaktzeiten

| | | | |
|---|---|---|---|
| [illegible] an Kondensat | | 97,8 % d. Th. | |
| [illegible] | | 90,4 " " " | |
| [illegible] Ausbeute | | 93,9 " " " | |
| [illegible] | 136,6 % = | 3,7 % bez. auf | Rohbutol |
| | " | 3,4 " " " | Reinbutol |
| [illegible] Zersetzung an Kohle | | 4,4 " " " | Rohbutol |
| [illegible] | " | 6,6 " " " | Reinbutol |
| gesamte Zersetzung | 97,3 % = | 2,2 " " " | " |
| [illegible] | 118,8 " = | 3,2 " " " | Rohbutol |
| | " | 4,7 " " " | Reinbutol |

[illegible] Temperatur von Anfang bis Ende der Kontaktperiode

| | |
|---|---|
| Eingangs-Temp. | 39 - 57° |
| " Ausg. | 33 - 57° |
| Gesamtdruck | 25 - 40° |

Das Kupfer hatte eine Normalversuche noch einige Zeit in Betrieb gestanden, wurden Kupfer, jedoch nicht mehr allzulange, da die Polymerisationsbildung in den letzten Tagen der Kontaktperiode gegen ziemlich rasch zugenommen und damit die Katalysatorwirkung gemindert war.

b) [illegible]

Die mit signalisiertem Instrument gefüllte Kammer 1 wurde Mitte des Monats reinigt und hat von 16) 8 Uh. 9. [illegible] 1 Äthylalkohol abgeführt. Die Reinheit des in der Destillation erhaltenen Gemisches war einwandfrei [illegible] und Fremdgeruchfrei [illegible] aber jetzt Verte. Die Kammer steht [illegible] für die [illegible] Inbetriebnahme bereit.

Die Betriebsanalyse des im Juli vorgelegten Entwurfes liegt noch nicht vor; wird in anderem Betriebsbericht mitgeteilt werden.

Fernschr.

Mey

Herrn Dir. Dr. Baumann

[redacted]

[redacted] Die Ausbeute von Methanol mit einer durchschnittlichen Zahl von 1,8 lieferte 5,7 g/h Alkohol. In beiden Versuchen 2 und 3 verschiedene Gemische der Versuch in letzterem Versuchsbericht [redacted] Grund der Absicht zu sein, daß sie beide [redacted] wurde. Es hat also [redacted] mit dem [redacted] Zahl [redacted] Methanolbildung bei gleichzeitig [redacted] Alkoholen in beiden Fällen. Auch die Zahlenwerten der Ausbeuten [redacted] Versuchen 2 und 3 [redacted] Versuch 3 hat auch [redacted] Versuchen [redacted] 77.7 [redacted] Versuch 2 [redacted] Versuch [redacted] 1/h [redacted] Versuch [redacted] 1/h [redacted] Gemisch [redacted] 1/h [redacted] und [redacted] werden.

[redacted] Zahlen der [redacted] Verbindungen [redacted] Aldehyd- [redacted] 11.2 [redacted] Methanol [redacted] 6. 7. [redacted] werden [redacted]

[redacted] Versuch [redacted] Versuchsbedingungen:

[redacted] 6. 7. - 8. 7. = 30 Stunden

[redacted] 1704 l Methanol - 273 Liter Kontaktvolumen

[redacted] Ausbeuten an Rohmetanol 36,4 % d. Th.

[redacted] 76,3 " " "

[redacted] 36,0 " " "

[redacted] Zusammensetzung: 30,3 % - 5,2 % Ges. auf Rohmetanol

- 7,8 " " " Rohmetanol

[redacted] 10,2 " " " Rohmetanol

[redacted] 10,6 " " " Rohmetanol

[redacted] 46,0 % - 8,6 " " " Rohmetanol

- 4,0 " " " Rohmetanol

[redacted] von Anfang bis Ende [redacted]

[redacted] 35 - 77°

" Mitte: 40 - 87°

[redacted] 65 - 100°

Der ausgebaute Kontakt wird in [illegible] nur Verwendung für [illegible]. Die durchschnittliche Analyse des ausgebauten Kontaktes war ungefähr folgende: [illegible] % Cu, 0,8 % Cr, 0,3 % Fe, [illegible] % Zn, 5,0 % Al, [illegible] % Ni, [illegible] % Si, Rest Cu. Auffallend ist der hohe Chrom- (aus der Aldolkondensation stammend) und eine Erhöhung des Kupferanteils gegenüber dem eingesetzten Kontakt mit 20,7 %.

Am 10. 7. 44 wurde der Ofen mit [illegible] kg [illegible]-Kontakt Sendung 3 u. 5 (Durchschnittsanalysen 12,5 % Cu, 0,75 % Cr, 0,08 % Fe) neu gefüllt. Die Inbetriebnahme der Anlage begann am 15. 7.. Als zum Beginnende Menge des Belastung auf [illegible] l/h heraufgenommen wurden wobei die Aldol-Temperatur anfänglich bei 35 - 40° belassen werden konnte. Die Ausbeute bei 99,1 % d. Th. allgemeine Betriebsdaten fiel bis Monatsschluß allmählich auf 94,5 Gewichts-Prozent. Die Durchsatzleistungsspitze lag am 31. 7. mit [illegible] % die unerwünschte Butylaldehydbildung war kaum vorhanden mit 0,11 % v. Reinbutol. Der Ofen 2 hat die alten 500er-Kontaktsendungen.

Anfang 8. Die Minderqualität des Reinaldols führte auch hier zu einer [illegible] Herabsetzung der Durchsatzmenge um vorzeitiges Nachlassen gegen [illegible] Ofen 2a Ofenausgangsgemisch unterbrochen, und unter laufende Steigerung der Eingangstemperatur, Beobachtung der Belastung mit Aldol und Butylaldehyd zu der Vermutung führten die Leistung des Ofens am 11.7. von noch 1400 l/h betrug wurde am 17. 7. abgestellt und Kontaktwechsel vorgenommen.

Bemerkungen über die Betriebsbedingungen:

Ofen 2a: 11 - 17/7 [illegible] 31 - 1/8 Anfahrtage

Ofen 2: 12 - 31/7 Aldol - 1/8 Beginn Kontaktwechsel

Ausbeute: bezogen Aldol auf Reinbutol 99,5 % d. Th.

Rohbutol 98,0 " " "

Durchschnittliche Ausbeute 94,8 " " "

Allgemeine Betriebsdaten 464,7 t = 3,3 % bezogen auf Rohbutol

= 4,8 " " " Reinbutol

Durchsatz Aldol [illegible]

Ofen 2a [illegible] 7,17 " " Rohbutol

11,93 " " Reinbutol

Durchsatz Butylaldehyd 194,0 t = 2,06 " " "

Ausbeute Aldol = [illegible] % bezogen auf Rohbutol

= [illegible] " " " Reinbutol

[illegible] von Anfang bis Ende der Kontaktperiode

| | | |
|---|---|---|
| [illegible] | [illegible] | [illegible] - 65° |
| " | Mitte | [illegible] - 75° |
| [illegible] | | [illegible] - 95° |

Der Kontaktofen dieser und die beiden [illegible] in Betrieb gewesenen Öfen verlief entgegen unseren Erwartungen vollkommen glatt. Es waren keinerlei Verbackungen, Brücken oder auffallende Änderungen in Farbe und Zusammensetzung bemerkbar. Eine gewisse Entmischung, die sich in einer Änderung der Größe der [illegible] Anteile bemerkbar machte. Die chemisch-technische Analyse des angelieferten Kontaktes ergab folgendes Bild:

| | |
|---|---|
| 57,0 % Cu (eingesetzter Kontakt 50,1 % Cu) | 0,6 % K |
| 1,0 % Cr ( " " 0,8 % Cr) | 0,3 % $P_2O_5$ |
| 0,4 % Fe | 0,3 % S |
| 2,5 % Al | kein Cl |

Auch hier ist eine deutliche Erhöhung des Gehaltes, sogar der Chrom-Eingabe, was nur dadurch möglich ist, daß ein geringer Anteil der Verbindungen und Verunreinigungen Teile der Apparatur vor und an dem durch die Flüssigkeit ausgeblasen und die in Lösung gegangenen Verbindungen wieder[illegible] Teilchen vom Kontakt festgehalten wurden. Der Abrieb ist entsprechend-weise niedriger als beim eingesetzten Kontakt der Charge 2.

Der Kontakt geht nach Belegung zur Verhütung.

Am 29. 7. wurde der Ofen 3 neugefüllt mit 3173 kg KED-Kontakt aus Charge 3. Kontaktanalysen: 15,98 % Cu, 0,49 % Cr, 0,04 % Fe. Die Charge ist [illegible] in Betrieb.

Abschließend kann über die Kontaktperiode ausgesagt werden, daß die Schwelung [illegible] der in den Kontaktofen geschilderten Bedingungen in Abst., Temperatur, Druck usw. eine erstaunlich lange Laufzeit bietet. In Vergleich mit dem andern Kontaktofen, welche Gestalt vor diesem [illegible] Einflüsse erlitten, ist die erreichte Laufzeit und Gesamtleistung des Kontaktes besonders auffallend. Eine befriedigende Erklärung kann hierfür nicht so ohne weiteres gegeben werden. Die [illegible] Einsatzes mögen wohl zu den günstigen Ergebnis beigetragen haben, können aber keineswegs ausschlaggebend sein. Für die Beurteilung der [illegible] Leistung des Ofens muß auf den Verlauf der Arbeiten in den einzelnen Monaten hingewiesen werden.

| | tägliche Betriebsbereite | gesamte Betriebsbereite |
|---|---|---|
| [illegible] | 96,4 ---- 96,6 | 82,9 ---- 97,0 |
| [illegible] | ---- 96,1 | ---- 97,2 |
| [illegible] | ---- 96,1 | ---- 96,7 |
| April | ---- 94,9 | ---- 96,3 |
| [illegible] | ---- 94,1 | ---- 95,8 |
| [illegible] | ---- 93,1 | ---- 95,4 |
| [illegible] | ---- 92,0 | ---- 94,8 |

Es war die gesamte Betriebsbereite gesamtheit Betriebsbereite lag [illegible] um 2 % pro Monat, weil die im Juni und Juli auf-[illegible] Störungen die an sonsten Abfallen der täglichen Ansbeute [illegible] Monen der Betriebsbereitschaft verursachten, daß die gesamte Betriebsbereite Anlage der hohen Leistung in den vorangegangenen Monaten nicht nur auf dem Monate bis [illegible] Monat? Das bedeutet nichts anderes, als daß die Anlage bei normalem Verlauf der Monate Juni und Juli mit Sicherheit eine noch in Anlagen nie beobachtete Dauer und Leistung erreichen hätte.

Untersuchungen des Mechanismus der Aldehydstillation in Laboratorium [illegible] haben ergeben, daß in der schlechten Periode im Juni im Mechanismus der Aldehydstillation an 1,5 % Dimerylen (Fp. des [illegible] 10°C) beteiligt waren. Es ist als sehr wahrscheinlich anzunehmen, daß dieses Dimerylen, das bei der Aldehydstillation polymerisiert und mit immer Farbe als hochmolekulare d.h. rückstandbildende Substanz im Reinmittel übergeht, in der Hydrierung die genannten Mechanismusstörungen verursacht hat. Störungen die jetzt noch in geringem Maß auftreten wahrscheinlich bei einem Vergleichsversuch der Aldehydanlage beobachtet wurden. Bei dem 4 Tage lang nur einwertiger Aldehydanlage und ausschließend nur Aldehyd hältiger Produktion verarbeitet wurde? Erst nach dem Eintritt des zweiten hältigen Aldehyd hergestellten Rohmaterials in die Hydrierung zeigten beide Kammer besonders Kammer 2 deutlichen Anstieg der Aldehydanzahl. (vgl. Monatsbericht der Aldehydanlage)!

[illegible] Zusammenfassung Segmentsteuerung: Die Kontaktfüllung für Segmentsteuerung 1 wurde am [illegible] kg Kontaktmasse aus Stadung 3. Kontaktzusammensetzung 19,7 % Cu, 0,7 % Cr, 0,03 % Fe. Die Inbetriebnahme erfolgte am 6. 7. und verlief normal, sodaß die Belastung innerhalb einer Woche auf [illegible] gesteigert werden konnte. Infolge häufiger Störungen von der Kühlanlage und der Wasserstoffseite her behielt die Anlage Anfang im [illegible] Mitte, die Aldehydbildung stieg

zurückzuführen. Hinzu kam die Beeinflussung durch wechselnde Aldolqualität, sodaß die Schärfung mehrermals vorgenommen und die Eingangstemperaturen außerdem noch erhöht werden mußten. Am Monatsende ergab sich hier folgendes Bild:

| | | |
|---|---|---|
| Schärfung 3400 l/h | tgl. Ausbeute bez. auf Rohbutol | 93,3 % d.Th. |
| | durchschnittliche Ausbeute | 94,7 % " " |

Butanolneubildung täglich: 1,32 % bez. auf Rohbutol
1,94 % " " Reinbutol

Octanol-Neubildung 1,24 % " " "

Die Kammer zeigt eine auffällende Empfindlichkeit gegen äußere Einflüsse; mit der geringsten Störung tritt eine Verlagerung der Temperaturen und zu hoher Filter auf, weil anscheinend die Hauptreaktionszone schon ziemlich weit am Ende des Ofens liegt. Diesem Mißstande soll durch eine Erhöhung des Kreislaufdruckes auf 310 atü und eine gewisse Entleerung des Kopfgutes entgegengesteuert werden.

b) Butanolhydrierung:

Hydrierung I war zur Butanolhydrierung im Juli zweimal je 4 Tage in Betrieb. Das nach der ersten Hydrierung erhaltene Reinbutanol zeigte nicht mehr die hohe Jodzahlentwicklungsfähigkeit wie früher, deshalb wurde der Katalyt vor der nächsten Butanolhydrierung nochmals mit 50 kg Kupferphosphat präpariert. Trotzdem war dann keine Verbesserung festzustellen, obwohl der Ofen stark höher als mit 3000 l/h belastet wurde. Man muß also diese ersten Versuche in den durch die mehrfache Durchhydrierung des Rohbutols bedingten hohen Aldehyd- und Crotonaldehydgehalt des Rohbutanols haben. Trotzdem machen wir von unterhalbiten dem Kontakt Gebrauch, der die Butanolhydrierung den gesamten bisher in Hülls durchführenden Rohbutanolhydrierungen gleichzeitig hält. Es handelt sich im gesamten um 1400 l Rohbutanol und 80,7 % Hydrierungsprodukt der Kammer I der Butylaldehydhydrierung. Diese Menge entspricht einer Leistung des und 3700 Tonnen Rohbutanolverbrauch. Vorher war der Katalyt, der mitunter dann nicht ausgetauscht war, hauptsächlich für die Kammer 1 der Kammer 1 in Betrieb, und hat mit Hilfe 1 Butanolhydrierung der 40fachen K.V. gebildet.

Zwei Anlagen waren nur im Oktober Kontrolle und Verbesserungen, hervorgerufen durch Abbrüche, fortgesetzt. Eine Durchschnittsanalyse liegt noch nicht vor.

Kammer 1 wurde am Vorhalten mit 4 Std. bei reduzierten NH3-Gehalt Dampfgase Kontakt von Sonntag 4 und stand in nicht reduziertem Zustand zur Verfügung.

Klag

Herrn Dir. Dr. Baumann



**Monatsbilanz Juli 1941.**

**Gesamtausbeute der Aldol - Butolstufe.**

**Acetaldehyd-Äquivalent der Produktion**

| | | | |
|---|---|---|---|
| 2929,2 t Reinbutol | x 0,9776 | → | 2863,6 t Acetaldehyd |
| 244,7 t Syrit | x 0,9562 | → | 234,0 t " |
| 172,7 t Butanol | x 1,1858 | → | 205,4 t " |
| 3346,6 t | | | 3303,0 t Acetaldehyd |

**Acetaldehyd-Verbrauch für Produktion**

| | |
|---|---|
| Zur 4459,0 t abgegebenen Reinaldol | 3704,7 t Acetaldehyd |
| " 1000,0 t " " | 830,8 t " |
| " 1000,0 t erzeugten Rohbutol | 822,3 t " |
| " 4440,4 t verarbeiteten Rohbutol | 3651,3 t " |

Acetaldehyd-Ausbeute $\frac{3303,0}{3651,3} \times 100 = 90,5\ \%$

Material-Ausbeute $\frac{3346,6}{3651,3} \times 100 = 91,7\ \%$

Acetaldehydverbrauch zur 100 kg Reinbutol $\frac{3651,3}{2929,2} \times 100 = 124,7$ kg

**Butylausbeute d.Th.**

| | |
|---|---|
| In der Butyldestillation erhalten | 2929,2 t Reinbutol |
| Aldolverbrauch hierfür | 3158,2 t Aldol 100% |
| theoret.Menge Butol | 3250,6 t Reinbutol |

Ausbeute d.Th. $\frac{2929,2}{3250,6} \times 100 = 90,1\ \%$

In der Aldolfabrik wurde die Produktion zu 73 % durch Kochtbegemaldehyd, zu 27 % durch Carbidaldehyd (Mückenberg, Böhlen, Lonza) gedeckt. Über Qualitätsunterschiede vgl. Monatsbericht der Aldolfabrik.

Die Gesamtproduktion der Aldol - Butolstufe lag höher als im Mai und zwar 15 % über der Sollleistung des 1. Ausbaus.

Die Einflüsse der Aldehydqualität auf die Hydrierfähigkeit des Reinaldols, sind im Bericht der Aldolhydrierung erläutert.

Infolge erhöhter Rückstandsbildung liegt der Aldehydaufwand für 100 kg Reinbutol mit 124,65 deutlich höher als im Vormonat, die Butolausbeute d. Th. dagegen fast gleich mit 90,7 %.

Rdy

[redacted] 110, 111, 200, 230, 232, 235 I/232/M 2. 8. 41

618

| Ch.W.H. | TD - Büro | | |
|---|---|---|---|
| Eing. | 6. AUG. 1941 | | |
| Nr. | H. | B. | Reg. |

Herrn Dir. Dr Baumann

**Bilanz der Aldolhydrierung**

**Juli 1941**

| | | |
|---|---|---|
| **In Betrieb** | **Kammer 2** | 1. - 8. 7. 41 |
| | | 16. -31. 7. 41 |
| | **Kammer 3** | 1. -17. 7. 41 |
| | **Kammer 4** | 6. -31. 7. 41 |
| **Rohaldol** | **Eingang** | 4459 t |
| **Rohbutol** | **Produktion u. Abgabe** | 4505 t |
| **[redacted]** | | 101,5 % |
| " d. Th. | | 99,0 % |

**Analysen**

**Reinaldol**

| | | | |
|---|---|---|---|
| 71,06 % | Aldol 100 % | 3264,2 t |
| 5,00 " | Acetaldehyd | 223,0 " |
| 2,13 " | Crotonaldehyd | 95,0 " |
| 3,10 " | Rückstand | 138,2 " |
| 17,91 " | Wasser | 798,6 " |
| 100,00 % | | 4459,0 t |

**Rohbutol**

| | | |
|---|---|---|
| 67,50 % | Butol 100 % | 3040,9 t |
| 6,04 % | Sprit | 272,1 " |
| 4,63 " | Butanol | 208,6 " |
| 3,10 " | Rückstand | 139,6 " |
| 18,73 " | Wasser | 843,8 " |
| 100,00 % | | 4505,0 t |

**Ausbeute**

| | | | | |
|---|---|---|---|---|
| Theoret. Menge | Reinbutol | 3277,6 t | 3040,9 t | = 92,9 % d.Th. |
| " " | Sprit | 233,2 " | 272,1 " | = 116,8 " " " |
| " " | Butanol | 100,4 " | 208,6 " | = 207,8 " " " |
| " " | Rückstand | 140,3 " | 139,6 " | = 99,5 " " " |
| " " | Wasser | 798,6 " | 843,8 " | = 105,6 Gew.% |
| | | 4550,1 t | 4505,0 t | = 99,0 |

**Kg - Zuschlag**

| | |
|---|---|
| Aldol | 73,4 t |
| Acetaldehyd | 10,2 " |
| Crotonaldehyd | 5,4 " |
| Rückstand | 2,1 " |
| | 91,1 t |

**Kg - Verbrauch**

| | |
|---|---|
| Butol | 68,3 t |
| Sprit | 11,9 " |
| Butanol | 11,2 " |
| Rückstand | 2,1 " |
| | 93,5 t |

**Wasserstoffverbrauch**

| | | |
|---|---|---|
| berechnet für | 4459 t Reinaldol | 1 014 000 $Nm^3$ $H_2$ 100 %ig |
| | | = 1 046 000 " " 96,85 %ig |
| | | (d = 0,116) |
| | für Entspannung (85 % $H_2$ im Kreislaufgas) | 220 000 " " " |
| | für Hydrierung von Rohbutanol | 3 000 " " " |
| | Auffüllung von Kammer 2 | 5 000 " " " |
| | " 3 | 4 000 " " " |
| | " 4 | 5 000 " " " |
| | | 1 283 000 $Nm^3$ $H_2$ 96,85 %ig |
| | | = 126,6 % d. Th. |
| | tatsächlich verbraucht | 1 240 000 $Nm^3$ $H_2$ 96,85 %ig |
| | | = 127,3 % d. Th. |

**Rohbutanol - Nachhydrierung**

Im Betrieb Kammer 1 vom 2. - 5. und 22. - 26. 7. 41

| | |
|---|---|
| Rohbutanol Eingang | 394,0 t |
| Rohbutanol hydr. Abgabe an Butoldest. | 397,6 t |

Kaag

110,111,200,230,232,.

Herrn Dir. Dr. Baumann

**Monatsbilanz Juni 1941.**
**Gesamtausbeute der Aldol-Butolstufe.**

**Acetaldehyd-Äquivalent der Produktion**

| | | | | |
|---|---|---|---|---|
| 2 080,1 t Reinbutol | x 0,9776 | ⟶ | 2 033,5 t | Acetaldehyd |
| 153,2 t Sprit | x 0,9562 | ⟶ | 146,5 t | " |
| 138,8 t Butanol | x 1,1888 | ⟶ | 166,2 t | " |
| 2 372,1 t | | | 2 346,2 t | Acetaldehyd |

**Acetaldehyd-Verbrauch für Produktion**

| | | | |
|---|---|---|---|
| Für | 3 017,0 t abgegebenes Reinaldol | 2 498,8 t | Acetaldehyd |
| " | 1 000 t " " | 828,2 t | " |
| " | 1 000 t erneugtes Rohbutol | 814,2 t | " |
| " | 3 123,6 t verarbeitetes Rohbutol | 2 530,7 t | " |

Acetaldehyd-Ausbeute $\frac{2\,346{,}2}{2\,530{,}7} \times 100 = \underline{92{,}7\ \%}$

Material - Ausbeute $\frac{2\,372{,}1}{2\,530{,}7} \times 100 = \underline{93{,}8\ \%}$

**Acetaldehyd-Aufwand für 100 kg Reinbutol** $\frac{2\,530{,}7}{2\,080{,}1} \times 100 = \underline{121{,}7\ \text{kg}}$

**Butolausbeute d.Th.**

| | |
|---|---|
| In der Butoldestillation erhalten | 2 080,1 t Reinbutol |
| Aldolaufwand hierfür | 2 238,7 t Aldol 100 % |
| theoret. Menge Butol | 2 290,0 t Reinbutol |

Ausbeute d.Th. $\frac{2\,080{,}1}{2\,290{,}0} \times 100 = \underline{90{,}8\ \%}$

In der Aldolfabrik mußte für die Produktion im Betriebsmonat zu 42 % Fremdaldehyd herangezogen werden (Wacker, Knapsack und wenig Longaaldehyd) infolge Störung in den Vorbetrieben.

Insgesamt lag die Produktion in der Aldol-Butolstufe um 28 % niedriger als im Vormonat, d.h. bei 81 % der Solleistung für den 1. Ausbau.

Die Qualitätsverschlechterung beim hiesigen Aldehyd hatte schwere Kontaktschädigung der beiden Hydrieröfen zur Folge, die sich in hohem Aldehydspiegel und steigender Butanolbildung ausdrückte. Der Rohsprit enthielt am Monatsende 4,1 % freien Aldehyd gegen sonst 0,4 %, das Rohbutanol enthielt 9,4 % nicht durchhydrierte Produkte (Aldehyde, Acetale, Crotylalkohol) gegen sonst etwa halb soviel. Außerdem traten in der Butoldestillation Verluste an organischer Substanz auf, die in Form von Aldehyden, Acetalen u.A. mit dem Wasser in der Vakuumkolonne III übergingen. Diese Erscheinungen verstärken sich im neuen Monat zunächst noch. Erfreulicherweise war die Qualität des Reinbutols während dieser Periode als unverändert gut anzusprechen.

Die Butolausbeute d.Th. dagegen fiel durch die geschilderten Verhältnisse über den ganzen Monat gesehen auf 90,8 gegenüber 92,5 im Vormonat zurück.

Im Laufe des Monats Juli wird in der Hydrierung zwei neue Kontaktfüllungen in Betrieb genommen.

gez. Haag

gez. [illegible]

ø 110, 200, 230, 232, 235, 111 I/235/2 10. 7. 41

Herrn Dir. Dr. Baumann

**Monatsbericht der Aldolhydrierung**

**Juni 1941**

622

In Kammer 1 wurden in der Zeit vom 12.-16.6.4 202 t Rohbutanol nachhydriert. Auch bei dieser 7. Nachhydrierung hat der Kontakt so einwandfrei gearbeitet, daß die Kammer zu weiteren Butanolnachhydrierungen verwendet werden kann.

Die am 23. 5. 41 frisch angefahrene Kammer 2 (3. Kontaktperiode) zeigte schon nach 8 Tagen bei einer Belastung von nur 1800 l Reinaldol/Stunde eine relativ hohe Butanolneubildung von ca 1,2 % bezogen auf Rohbutol, während bei einer guten Kammer die Butanolneubildung unter diesen Verhältnissen praktisch gleich Null ist. Die Temperaturverteilung im Ofen zeigte, daß das Aldol unter keinen Umständen gleichmäßig verteilt sein konnte; es traten z.B. zwischen zwei in einer Höhe ca 30 cm voneinander entfernten Meßstellen Temperaturdifferenzen von 40 und 90° auf. Wir vermuteten deshalb, daß der Flüssigkeitsverteiler, der ähnlich wie ein Überlaufboden einer Glockenbodenkolonne konstruiert ist, nicht einwandfrei arbeitete. Die Kammer wurde deshalb abgestellt, mit Stickstoff gespült, der Kontakt vollständig mit Rohbutol bedeckt, so daß keine Oxydation eintreten konnte, und der Verteilerboden ausgebaut und nachgeprüft. Es zeigte sich nun, daß tatsächlich an einer Stelle eine ganz beträchtliche Ausbeulung, die beim Transport oder der Montage entstanden sein muß, vorhanden war. Infolge dieser Ausbeulung lief der größte Teil des zulaufenden Aldols an einer Stelle über und verursachte eine völlig einseitige Beaufschlagung des Ofens. Der Verteilerboden wurde gerichtet und nach dem Einbau die Kammer am 11. 6. 41 wieder angefahren. Bis zu einer Belastung von ca 3000 l Reinaldol/Stunde arbeitete die Kammer einwandfrei.

Leider konnte die Prüfung nicht weiter ausgedehnt werden, weil in der 2. Hälfte des Monats wegen des außerordentlich stark gelb bis braun gefärbten Aldols (Hervorgerufen durch unreinem Acetaldehyd) völlig unnormale Verhältnisse auftraten. Der Kontakt wurde durch die im Aldol enthaltenen Verunreinigungen stark verschmutzt und in seiner Aktivität erheblich herabgesetzt. Das erhaltene Rohbutol zeigte eine Alkohlzahl von ca 4, was einem Gehalt von ca 1 % unverändertem Aldol (bzw. 0,5 % unverändertem Acetaldehyd) entspricht. Da zur besseren

Kühlung die Temperaturen gesteigert werden mußten, stieg die Butanolnebenbildung erheblich an (bis auf über 6 % bezogen auf Rohbutol) und dementsprechend sank die Butolausbeute bis zum Monatsende auf 86 - 87 % der Theorie ab.

Kammer 3 lief in der ersten Hälfte des Monats einwandfrei. Zur Überbrückung des Produktionsausfalles beim Ausbau der Kammer 2 wurde die Belastung bis auf 3300 l Reinaldol/Stunde gesteigert, wobei trotz der langen Lebensdauer (137 Arbeitstage, 1470faches Kontaktvolumen) die Butanolnebenbildung bei nur 1,5 % bezogen auf Rohbutol lag. Auch die tägliche Butolausbeute mit über 94 % der Theorie war noch außerordentlich gut. In der zweiten Hälfte des Monats trat aus den gleichen Gründen wie bei Kammer 2 beschrieben, eine wesentliche Verschlechterung ein, die sich allerdings nicht so stark wie bei Kammer 2 auswirkte. Die Butanolnebenbildung erreichte ca 4 %, die Butolausbeute blieb sich bei 91 - 92 %, während die Aldehydzahl auf ca 3 stieg. Wir führen dies darauf zurück, daß der Kontakt infolge seiner langen Lebensdauer (Ende des Monats 157 Arbeitstage, 1617faches Kontaktvolumen) nicht mehr so hochaktiv ist und infolgedessen auch Verunreinigungen nicht so stark zurückhält. Ein Beweis dafür dürfte die trotz etwas besserer Qualität stärkere Gelbfärbung des Rohbutols von Kammer 3 sein.

Kammer 4 wurde beschleunigt zum Anfahren fertiggestellt und Anfangs des Monats Juli in Betrieb genommen.

In Kammer 2 wurde zur Kontrolle der gleichmäßigen Rohbutolentspannung aus dem Produktabscheider in die Entspannungsleitung eine Drosselscheibe mit Druckwaage eingebaut. Diese Einrichtung hat sich so gut bewährt, daß sie auch bei den anderen Kammern eingebaut wird.

Reinhold

Hay

Ob.6

Silan [illegible]

In Betrieb

Reinaldol

Rohbutol Produktion

Abgabe an Lagerplatz.

Mengenausbeute [illegible]

" d. Th. [illegible]

Analysen

Reinaldol

| | | | | |
|---|---|---|---|---|
| 71,67 % | Aldol 100 % | 2162,3 t | [illegible] | [illegible] 1 |
| 4,80 " | Acetaldehyd | 144,8 " | [illegible] | Sprit |
| 2,29 " | Crotonaldehyd | [illegible] | 4,[illegible] | [illegible] |
| 2,83 " | Rückstand | 85,4 " | 2,[illegible] | [illegible] |
| 18,41 " | Wasser | 555,4 " | 19,12 " | Wasser |
| 100,00 % | | 3017,0 t | 100,[illegible] % | |

Ansatz

| | | | | |
|---|---|---|---|---|
| Theoret. Menge | | Reinbutol | 2211,0 t | [illegible],1 |
| " | " | Sprit | 151,4 " | 175,1 |
| " | " | Butanol | 75,1 " | 1[illegible] |
| " | " | Rückstand | 85,7 " | [illegible] |
| " | " | Wasser | | [illegible] |

$H_2$ - Zuschlag

| | |
|---|---|
| Aldol | 42,5 t |
| Acetaldehyd | 6,6 " |
| Crotonaldehyd | 4,0 " |
| Rückstand | 1,3 " |
| | 61,4 t |

$H_2$ - V[illegible]

Aldol

Sprit

Butanol

Rückstand

1773

[illegible]

[illegible] 17 [illegible]

Für [illegible] (35 [illegible] 17[illegible]
für [illegible]

Für Hydrierung von
Rohbutanol

Auffüllung von Kammer 2 [illegible]

[illegible]

= 1[illegible],2 [illegible]

tatsächlich verbraucht [illegible]

= 127,[illegible]

---

Rohbutanol - Nachhydrierung

In Betrieb Kammer 1 vom 12. - 16. 6. 41

Rohbutanol Eingang [illegible],1

Rohbutanol hydriert Abgabe an Butoldest. [illegible]

Zaa,

110, 200, 230, 232, 23[illegible], 111

17. [illegible] 41 [illegible]

W 110, 200, 230, 232, 235, 111 17. 6. 41/Kl.

626

## Monatsbericht der Aldolhydrierung

## Mai 1941

In Kammer 1 wurden in der Zeit vom 15.-18.5.41 196 t Rohbutanol mit dem gleichen guten Ergebnis wie bisher nachhydriert. Der Kontakt ist noch immer sehr aktiv, so daß die Kammer jederzeit fahrbereit zur Nachhydrierung von Rohbutanol dasteht.

Kammer 2 wurde am 19.5.41 nach erst 56 Arbeitstagen wegen zu großer Butanolneubildung und dadurch bedingter schlechter Ausbeute an Reinbutol abgestellt.

Übersicht über den Verlauf der 2. Kontaktperiode:

Kammer 2 25.3. - 19.5.41 = 56 Arbeitstage

Durchsatz: 2769 t Reinaldol = 299 faches Kontaktvolumen

Ausbeute: Anfangsausbeute: 96,5 %
Endausbeute: 90,0 %
Ausbeute über die gesamte Kontaktperiode 92,5 %

Butanol: Gesamtproduktion: 95,4 t = 4,1 % bez. auf Rohbutol
= 5,8 % " " Reinbutol
Neubildung am Schluß der 3,4 % bez. auf Rohbutol
Kontaktperiode : 5,0 % " " Reinbutol
Neubildung über die gesamte
Kontaktperiode : 3,3 % bez. auf Reinbutol

Rückstand: 56,3 t = 2,3 % bez. auf Rohbutol
= 3,4 " " " Reinbutol

Temperaturverhältnisse vom Anfang bis Ende der Kontaktperiode

Ofeneingang Gas: 57 - 69°
Aldol: 45 - 55°
Ofenausgang : 86 -110°

Der ausgebaute Kontakt der Kammer wird zusammen mit dem der 1. Kontaktperiode nach Ludwigshafen zur Regeneration geschickt.

Am 21.5.41 wurde die Kammer mit 5 200 kg BEM-Kontakt Sendung 2 und 3 (Durchschnittsanalyse 20,7 % Cu, 0,7 % Cr) frisch. Nach der üblichen Spülung mit Rohbutol wurde der Kontakt reduziert und die Kammer am 29.5.41 wieder angefahren. Die Belastung der Kammer betrug Ende des Monats 1 800 l Reinaldol/Stunde.

Kammer 3 lief weiterhin störungsfrei und hatte bis Ende des Monats 11 031 t Reinaldol = 1379 faches Kontaktvolumen hydriert. Trotz dieses insbesondere für die erste Kontaktperiode sehr großen Durchsatzes liegen Butanolneubildung mit 1,35% (bez. auf Reinbutol über die gesamte Kontaktperiode) und die tägliche Ausbeute mit 94,2 % noch sehr gut. Vom 20. - 23.5.41 wurde die Belastung der Kammer auf 5,1 $m^3$ Reinaldol/Stunde (2 Einspritzpumpen) gesteigert um den Ausfall der Kammer 2 (Kontaktwechsel) zu überbrücken. Auch diese vorübergehend sehr hohe Belastung hat die Kammer gut vertragen. Das Reinaldol wurde ohne wesentliche Steigerung der Butanolneubildung glatt durchhydriert.

Herrn Dir. Dr. Lehmann
110,111,200,230,232.

9. 13. 113. Juni 1941 /R
I/232

628

**Monatsbilanz Mai 1941.**

**Gesamtausbeute der Aldol - Butolstufe.**

**Acetaldehyd-Äquivalent der Produktion**

| | | | | |
|---|---|---|---|---|
| 2 887,7 t Reinbutol | x 0,9776 | ⟶ | 2 823,0 t | Acetaldehyd |
| 253,1 t Sprit | x 0,9562 | ⟶ | 242,0 t | " |
| 176,4 t Butanol | x 1,1888 | ⟶ | 209,7 t | " |
| 3 317,2 t | | | 3 274,7 t | |

**Acetaldehyd-Verbrauch für Produktion**

| | | |
|---|---|---|
| Für 4 060,0 t abgegebenes Reinaldol | 3 550,0 t | Acetaldehyd |
| " 1 000,0 t " " | 825,1 t | " |
| " 1 000,0 t erzeugtes Rohbutol | 816,1 t | " |
| " 4 291,6 t verarbeitetes Rohbutol | 3 502,2 t | " |

Acetaldehyd-Ausbeute $\frac{3\,274,7}{3\,502,2} \times 100 = 93,5\ \%$

Material - Ausbeute $\frac{3\,317,2}{3\,502,2} \times 100 = 94,6\ \%$

**Acetaldehyd-Aufwand für 100 kg Reinbutol** $\frac{3\,502,2}{2\,887,7} \times 100 = 121,2$ kg

**Butolausbeute d.Th.**

| | | |
|---|---|---|
| In der Butoldestillation erhalten | 2 887,7 t | Reinbutol |
| Aldolaufwand hierfür | 3 050,5 t | Aldol 100 % |
| theoret. Menge Butol | 3 120,4 t | Reinbutol |

Ausbeute d.Th. $\frac{2\,887,7}{3\,120,4} \times 100 = \underline{92,5\ \%}$

Die Aldehyd- und Materialausbeuten sind deshalb höher als im Vormonat (91,4 u. 92,9) weil die im Berichtsmonat erfolgte Aufbereitung des Rohbutanols ein günstiges Ergebnis hatte und eine bessere Bewertung des noch lagernden Rohbutanols ermöglichte. Der um ein Geringes erhöhte Aldehydaufwand für 100 kg Reinbutol und das Absinken der Ausbeute sind auf die Abnahme der Kontaktaktivität in der Aldolhydrierung zurückzuführen.

Die im Maibericht diskutierte Erniedrigung des Wassergehaltes im Reinaldol hat, abgesehen von einer nennenswerten Dampfersparnis, noch einen weiteren Vorteil zur Folge und zwar in der Kapazität der Butoldestillation. Bei der Projektierung mit dem höheren Wassergehalt im Rohbutol entfielen auf die Wasserkolonne (Kolonne III) 363 kg Wasser pro Stunde und pro t Reinbutol. Bei einer Produktion von 42 750 jato Buna-S hatte danach die Kolonne 5 290 kg/h und 987 kg/h Rücklauf zu leisten, wobei sich bei 80 mm Kopfvakuum eine Geschwindigkeit von 3,1 m/sec. errechnete. Da maximal mit 3,8 m/sec. gefahren werden kann, liegt die Kolonne mit einer solchen Leistung schon nahe an der Grenze ihrer Kapazität und es wäre bei einer weiteren Erhöhung der Produktion notwendig geworden, die Kolonne III a der Erweiterung ebenfalls in Betrieb zu nehmen. Die Kolonne III a kam zur Aufstellung weil mit einer Verschmutzung der Böden durch Kieselgel und Verharzung zu rechnen ist. Infolge der Erniedrigung des Wassergehaltes im Reinaldol bzw. Rohbutol um rund 26 % gegenüber der Projektierung ergibt sich folgendes:

Bei einer Produktion von 100 000 jato Reinbutol (70 000 jato Buna-S + 35) hat die Wasserkolonne 4 863 kg/h einschließlich 0,3-fachen Rücklauf zu leisten. Die zugehörige Geschwindigkeit beträgt bei der Kolonne III mit 2,6 m Durchmesser 3,57 m/sec. und bei der Kolonne IIIa mit 3 m Durchmesser erst 2,7 m/sec.
Es ist also möglich, die genannte Wassermenge in einer von beiden Kolonnen abzutreiben, sodaß eine volle Reserve vorhanden ist. Da die beiden Butolkolonnen parallel gefahren werden müssen und keine eigentliche Reserve vorhanden ist, kann die Reserve-Wasserkolonne auch als Reserve für die Butolkolonne eingesetzt werden. Bei dem höheren Wassergehalt wäre es nötig gewesen, auch die beiden Wasserkolonnen parallel zu betreiben, sodaß die Aufstellung einer weiteren 3 m Kolonne als Reserve sowohl für III, IIIa als auch für IV und IVa unumgänglich gewesen wäre. Durch die Erniedrigung des Wassergehaltes ist für den Fall der Produktionssteigerung auf 100 000 jato Butol diese Reservekolonne bereits vorhanden. Außerdem tritt, wie bereits erwähnt, eine erhebliche Ersparnis an Hochdruckdampf ein.

Ø 200,230,232,235,111

Ch.W.E. | TD-Büro
Eing. [illegible] 1941
Nr. [illegible] Tat 1941

630

Herrn Dir. Dr. Baumann

Bilanz der Aldolhydrierung

| | | | |
|---|---|---|---|
| In Betrieb | Kammer 2 | | 1.- 19.5.41 |
| | | | 25.- 31.5.41 |
| | " 3 | | 1.- 31.5.41 |
| Reinaldol | Eingang | | 4060,0 t |
| Rohbutol | Produktion | | 4105,0 t |
| | Abgabe an Butoldest. | | 4105,0 t |
| Mengenausbeute | | | 101,1 % |
| " | d.Th. | | 99,1 % |

Analysen

| Reinaldol | | | Rohbutol | | |
|---|---|---|---|---|---|
| 71,88 % | Aldol 100 % | 2918,3 t | 68,42 % | Butol 100 % | 2808,6 t |
| 5,42 " | Acetaldehyd | 220,1 " | 6,20 " | Sprit | 254,5 " |
| 1,79 " | Crotonaldehyd | 72,7 " | 3,82 " | Butanol | 156,8 " |
| 2,54 " | Rückstand | 103,1 " | 2,54 " | Rückstand | 104,3 " |
| 18,37 " | Wasser | 745,8 " | 19,02 " | Wasser | 780,2 " |
| 100,00 % | | 4060,0 t | 100,00 % | | 4105,0 t |

Ausbeute

| | | | | |
|---|---|---|---|---|
| Theoret. Menge | Reinbutol | 2985,1 t | 2808,6 t | = 94,0 % d.Th. |
| " " | Sprit | 230,2 " | 254,5 " | = 110,5 " " " |
| " " | Butanol | 76,9 " | 156,8 " | = 204,0 " " " |
| " " | Rückstand | 104,7 " | 104,3 " | = 99,6 " " " |
| " " | Wasser | | 780,8 " | = 104,7 Gew. |

A

| $H_2$ - Zuschlag | | $H_2$ - Verbrauch | |
|---|---|---|---|
| Aldol | 66,8 t | Butol | 62,8 t |
| Acetaldehyd | 10,1 " | Sprit | 11,2 " |
| Crotonaldehyd | 4,2 " | Crotonaldehyd | 8,5 " |
| Rückstand | 1,6 " | Rückstand | 1,6 " |
| | 82,7 t | | 84,1 t |

Wasserstoffverbrauch

errechnet für 4060 t Reinaldol

| | |
|---|---|
| für Entspannung (96,7 %iger $H_2$; 85 % im Kreislaufgas) | 200 500 $Nm^3 H_2$ 96,7 % |
| für Reduktion und Auffüllung von Kammer 2 | 5 000 $Nm^3 H_2$ 96,7 % |
| für Hydrierung von Rohbutanol | 1 500 $Nm^3 H_2$ 96,7 % |
| | 1168 000 $Nm^3 H_2$ 96,7 % |
| | = 122,7 % d.Th. |
| tatsächlich verbraucht | 1 156 000 $Nm^3 H_2$ 96,7 % |
| | = 121,4 % d.Th. |

Rohbutanol - Nachhydrierung

In Betrieb Kammer 1 vom 19.-23.5.41.

| | |
|---|---|
| Rohbutanol Eingang | 196,1 t |
| Rohbutanol hydriert, Abgabe an Butoldest. | 195,9 t |

Brandt

Ziegler

B.6

110,111,200,230,232.

17. Mai 1941 /K
I/232

632

Ch.W.P. | T.D. | T.B.
Eing. 20 MAI 1941
Dr.

Herrn Dr. Baumann

**Monatsbilanz April 1941.**
**Gesamtausbeute der Aldol-Butolstufe.**

**Acetaldehyd-Äquivalent der Produktion**

| | | | | |
|---|---|---|---|---|
| 2 774,8 t Reinbutol | x 0,9776 | → | 2 712,6 t | Acetaldehyd |
| 221,9 t Sprit | x 0,9562 | → | 212,2 t | " |
| 117,8 t Butanol | x 1,1888 | → | 140,0 t | " |
| 3 114,5 t | | | 3 064,8 t | Acetaldehyd |

**Acetaldehyd-Verbrauch für Produktion**

| | | | |
|---|---|---|---|
| für | 4 194,0 t abgegebenes Reinaldol | 3 499,6 t | Acetaldehyd |
| " | 1 000 t " " | 834,4 t | " |
| " | 1 000 t erzeugtes Rohbutol | 822,6 t | " |
| " | 4 075,4 t verarbeitetes Rohbutol | 3 352,4 t | " |

Acetaldehyd-Ausbeute $\frac{3\,064,8}{3\,352,4}$ x 100 = 91,4 %

Material - Ausbeute $\frac{3\,114,5}{3\,352,4}$ x 100 = 92,9 %

**Acetaldehyd-Aufwand für 100 kg Reinbutol** $\frac{3\,352,4}{2\,774,8}$ x 100 = 120,8 kg

**Butolausbeute d.Th.**

| | |
|---|---|
| In der Butoldestillation erhalten | 2 774,8 t Reinbutol |
| Aldolaufwand hierfür | 2 894,3 t Aldol 100 % |
| theoret. Menge Butol | 2 960,8 t Reinbutol |

Ausbeute d.Th. $\frac{2\,774,8}{2\,960,8}$ x 100 = **93,7 %**

Die Abnahme der Kontaktaktivität in der Aldolhydrierung hauptsächlich bei Kammer 2 macht sich in einer geringen Erhöhung des Acetaldehyd-aufwandes für 100 kg Butol (120,8) und einem geringen Absinken der Butolausbeute (93,7) gegenüber dem Vormonat mit 119,6 kg bzw. 94,5 % bemerkbar.

Die Produktion an Reinbutol lag mit 2 775 t um 225 t oder 8,8 % höher als die für den 1. Ausbau projektierte Monatsproduktion.

In der Aldolhydrierung wurde ein bemerkenswertes Ergebnis erzielt bei einem Versuch die Leistung der Öfen einer weiteren Klärung entgegenzubringen. In der Kammer 3 wurden folgende Leistungen erzielt:

| | |
|---|---|
| 1. im ganzen Monat April | 2 058 moto Reinbutol |
| 2. dreizehn Tage (5.4. - 18.4.) lang je 76 - 78 t Butol entsprechend | 2 300 " " |
| 3. eine Spitzenleistung an 2 Tagen (28./29.3.) mit zus. 197 t entsprechend | 3 000 " " |

Hierbei betrug die stündliche Aldolmenge bei 1. durchschnittlich 3,7 $m^3$ oder 90 % der vollen Leistung einer Einspritzpumpe, bei 2. 4,18 $m^3/h$ = 100 % der Leistung einer E.P. bei 3. 5,15 $m^3/h$ wobei mit 2 E.P. auf die Kammer 3 gefahren wurde. (Vgl. Monatsbericht der Aldolhydrierung März 41). Die Leistung des Ofens hatte mit 3. noch nicht ihre Grenze erreicht und wir beabsichtigen die Versuche in dieser Richtung bei Gelegenheit fortzusetzen. Heute läßt sich bereits aussagen, daß die bisher zu 1 300 - 1 500 moto Butol 100 % angenommene Leistung unter gewissen Bedingungen erheblich überschritten werden und mit etwa 2 000 moto veranschlagt werden kann. Die Bedingungen sind folgende:

a) möglichst geringer Acetaldehydgehalt des Reinaldols und damit ein Herabsetzen der starken Wärmetönung der Hydrierung von Acetaldehyd zu Sprit auf ein Minimum. Diese Fahrweise war für Hüls von vornherein vorgesehen,

b) eine Erniedrigung des Wassergehaltes im Reinaldol, um damit die an sich begrenzte Leistung der Einspritzpumpen bezogen auf Aldol 100 %ig zu steigern. Es ist uns bis jetzt gelungen, den Wassergehalt im Reinaldol von anfänglich 28 % (Oktober 40) auf 18,57 % (April 41) herunterzudrücken, ohne eine zusätzliche Bildung von Nebenprodukten in der Aldoldestillation oder der Hydrierung in Kauf nehmen zu müssen. Der korrespondierende Gehalt an Aldol 100 % erfuhr hierdurch eine Steigerung von 60,85 % auf 72,04 %,

e) wahrscheinlich die Anwendung der sog. Bürgerschen Einsätze für die Flüssigkeitsverteilung im Ofen. Allem Anschein nach ist auf die durch diese Einsätze erzielte günstige Flüssigkeitsführung das gegenüber den anderen Öfen erheblich günstigere Verhalten des Ofens 3 in der Hauptsache zurückzuführen.

Nimmt man vorsichtshalber unter Berücksichtigung des Kontaktwechsels für eine Kammer 28 Arbeitstage im Monat an, so betrüge die Leistung mit Sicherheit $\frac{2\,000 \cdot 28 \cdot 12}{30}$ = 22 400 jato Butol = 13 100 jato Buna S. Mit 4 Öfen könnten demnach eine 52 400 jato Buna S entsprechende Butolmenge produziert werden. Hierzu käme dann noch die 700 atü-Kammer deren Kapazität noch höher einzusetzen ist.

Auf Grund dieser Erkenntnisse wurde die TA beauftragt, die Frage zu prüfen inwieweit es möglich ist, die Leistung der jetzigen Einspritzpumpen zu erhöhen und außerdem den Bau einer Type mit einer Förderleistung von etwa 6 $m^3/h$ bei der Lieferfirma Balcke Frankenthal anzuregen.

gez. Haag

gez. [illegible]

Monatsbericht der Aldolhydrierung

Herrn Dr. Baumann

April 1941

In Kammer 1 wurden in der Zeit vom 31.3.-3.4. und 19.4.-23.4.4 285 t Rohbutanol nachhydriert. Es wurde der gleiche Kontakt wie für die 3 vorhergegangenen Nachhydrierungen verwendet und dasgleiche einwandfreie Produkt erhalten. Die Kammer steht weiterhin anfahrbereit unter Wasserstoffdruck.

Kammer 2 lief in der ersten Hälfte des Monats mit 1400 l/h später mit 2000 l/h Reinaldol. Die Belastung liegt also bedeutend unter der Normalbelastung von 3 - 4 m³/h. Es ist bekannt, dass bei einer derart schwachen Belastung die Flüssigkeitsverteilung im Kontaktofen schlecht sein kann. Die für das durchgesetzte Kontaktvolumen (187 faches Kontaktvolumen Ende des Monats) schon sehr hohe Butanolneubildung von ca 2,5 % (bez. auf Rohbutol) und die dementsprechend niedrige tägliche Ausbeute von ca 92,5 % dürfte auf die schlechte Verteilung zurückzuführen sein.

Kammer 3 lief auch im April störungsfrei. Die Belastung wurde Mitte des Monats auf 3100 l/h Reinaldol gesenkt, um eine etwas stärkere Belastung der Kammer 2 zu ermöglichen. Ende des Monats hatte der Ofen insgesamt 8137 t Reinaldol = 1017 faches Kontaktvolumen hydriert. Die Butanolneubildung betrug zu dieser Zeit nur 1 % bezogen auf Rohbutol auch die Neubildung bezogen auf Reinbutol über die gesamte Kontaktperiode berechnet liegt erst bei 1 %. Die tägliche Ausbeute liegt noch bei 95 %, sodass mit einer sehr guten Lebensdauer dieser Kontaktfüllung gerechnet werden kann.

200, 230, 232, 235, 111

| Ch.V.H. | TD-Büro |
|---|---|
| Eing. | 7. MAI 1941 |
| Nr. | |

I/235/5. 5. 41/A

636

Herrn Dr. Baumann

**Bilanz der Aldolhydrierung** April 1941

| | | | |
|---|---|---|---|
| **In Betrieb** | Kammer 2 | | 1. - 30. 4. 41 |
| | " 3 | | 1. - 30. 4. 41 |
| **Reinaldol** | Eingang | | 4194,0 t |
| **Rohbutol** | Produktion | | 4254,0 t |
| | Abgabe an Butoldest. | | 4254,0 t |
| **Mengenausbeute** | | | 101,4 % |
| " | d. Th. | | 99,4 % |

**Analysen**

| Reinaldol | | | Rohbutol | | |
|---|---|---|---|---|---|
| 72,04 % | Aldol 100 % | 3021,3 t | 69,32 % | Butol 100 % | 2948,9 t |
| 5,55 % | Acetaldehyd | 232,8 t | 6,25 % | Sprit | 265,9 t |
| 1,53 % | Crotonaldehyd | 64,2 t | 2,98 % | Butanol | 126,8 t |
| 2,31 % | Rückstand | 96,9 t | 2,31 % | Rückstand | 98,2 t |
| 18,57 % | Wasser | 778,8 t | 19,14 % | Wasser | 814,2 t |
| 100,00 % | | 4194,0 t | 100,00 % | | 4254,0 t |

**Ausbeute**

| | | | | |
|---|---|---|---|---|
| Theoret. Menge | Reinbutol | 3090,5 t | 2948,9 t | = 95,4 % d. Th. |
| " " | Sprit | 243,5 t | 265,9 t | = 109,2 " |
| " " | Butanol | 67,9 t | 126,8 t | = 186,8 " |
| " " | Rückstand | 98,4 t | 98,2 t | = 99,8 " |
| | Wasser | | 814,2 t | = 104,5 Gew. % |

| $H_2$ - Zuschlag | | $H_2$ - Verbrauch | |
|---|---|---|---|
| Aldol | 69,2 t | Butol | 66,0 t |
| Acetaldehyd | 10,7 t | Sprit | 11,6 t |
| Crotonaldehyd | 3,7 t | Butanol | 6,9 t |
| Rückstand | 1,5 t | Rückstand | 1,5 t |
| | 85,1 t | | 86,0 t |

Wasserstoffberbrauch

| | |
|---|---|
| errechnet für 4194 t Reinaldol | 947 000 $Nm^3H_2$ 96,7 % (d=0,1176) |
| für Entspannung (96,7 %iger $H_2$, 85 % im Kreislaufgas) | 208 000 $Nm^3H_2$ 96,7 % |
| | 1 155 000 $Nm^3H_2$ 96,7 % = 122,0 % d. Th. |
| tatsächlich verbraucht | 1 116 200 $Nm^3H_2$ 96,7 % = 117,8 % d. Th. |
| entspannt (gemessen über Entsp. Waage) Rest von ca 130 000 m³ durch Undichtigkeiten der Anlage (Stopfbüchsenverluste usw.) entspannt oder zum Auffüllen von Bereitschaftsumlaufpumpen verwendet. | 78 000 $Nm^3H_2$ 96,7 % |

Rohbutanol - Nachhydrierung

In Betrieb Kammer 1 vom 31. 3. - 3. 4. 41
und 19. 4. - 23. 4. 41

| | |
|---|---|
| Rohbutanol Eingang | 284,4 t |
| Rohbutanol hydriert Abgabe an Butoldest. | 286,6 t |

Bernhardt

Hahn

Bruch

110,111,[illegible],230,232.

21. April 1941
I/232

638

| Ch.W.M. | TD-Büro |
|---|---|
| Eing. 22. APR. 1941 | |
| Fr. | H. / E. / Rep. |

Herrn Dr. Baumann

[redacted]

[redacted]

[redacted]

1 364,5 t Reinbutol x 0,9776 ⟶ 1 349,0 t Acetaldehyd
140,4 t Sprit x 0,9542 ⟶ 134,0 t "
[illegible] t Butanol x 1,1800 ⟶ [illegible] t "
1 775,2 t 1 747,9 t Acetaldehyd

Acetaldehyd-Verbrauch für Produktion

Für 2 316,0 t abgegebenes Reinaldol 1 927,99 t Acetaldehyd
" 1 000,0 t " " 832,5 t "
" 1 000,0 t erzeugtes Rohbutol 828,2 t "
" 2 [illegible],65 t verarbeitetes Rohbutol 1 895,5 t "

Acetaldehyd-Ausbeute = $\frac{1\,747,9}{1\,895,5}$ x 100 = 92,2 %

Material - Ausbeute = $\frac{1\,775,2}{1\,895,5}$ x 100 = 93,9 %

Acetaldehyd-Aufwand für 100 kg Reinbutol = $\frac{1\,[illegible]}{1\,[illegible]}$ x 100 = 119,6 kg

Butanolausbeute d.Th.

In der Butanoldestillation erhalten 1 364,5 t Reinbutol
Alkoholaufwand hierfür 1 [illegible],8 t Aldol 100 %
theoret. Menge Butol 1 677,3 t Reinbutol

Ausbeute d.Th. $\frac{1\,[illegible]}{1\,677,3}$ x 100 = 94,5 %

- 2 -

Die günstige Bewertung des erzeugten und abgegebenen Rohsprits führte auch diesen Monat wieder zu einer hohen Aldehyd- und Materialausbeute.

Das leichte Absinken der Leistung von Kammer 3 sowie der noch um ein Geringes schlechtere Betriebszustand von Kammer 2 hatten eine leichte Steigerung des Acetaldehydaufwands für die Reinbutolerzeugung auf 119,6 kg gegenüber 117,6 kg/% kg Butol im Vormonat zur Folge. Die theoretische Butolausbeute ist dementsprechend etwas abgenommen.

Gegen Monatsende wurde erstmals in allen drei Betrieben die volle Produktion des 1. Ausbaues erreicht und gleichzeitig im Mittel um 10 % überschritten.

gez. Haag

gez. Dub

Herrn Dr. Baumann

**Monatsbericht der Alkoholisierung**

**März 1941**

In Kammer 1 wurde am 31. 3. mit der Nachhydrierung von Rohbutanol begonnen. Zusammenstellung erscheint im April-Bericht.

Kammer 2 wurde am 25. 3. angefahren (2. Kontaktperiode). Die Kammer wurde schon Ende Februar reduziert (vgl. Monatsbericht Februar 41) und stand 4 1/2 Wochen in reduziertem Zustande einsatzbereit unter Wasserstoffdruck. Die Belastung der Kammer konnte bis Ende des Monats nur bis 1300 l/h Reinalkohol gesteigert werden, so daß über ihr Verhalten noch nichts endgültiges ausgesagt werden kann.

Kammer 3 hat bis Ende des Monats nach 66 Arbeitstagen 5 210 t Reinalkohol (= 691 Stehen Kontaktvolumen) hydriert. Die Butanolneubildung ist noch verhältnismäßig sehr gering und liegt bei 0,8 % bezogen auf Reinbutyl und über die gesamte Kontaktperiode gerechnet.

Vom 1. - 6. und vom 12. - 15. März mußte die Kammer 3 mit Sauerstoffhaltigem Wasserstoff (O2 - Gehalt 0,2 - 0,3 %) infolge Störungen in der Gasabteilung gefahren werden. Vom 15. - 17. März mußte die Alkoholisierung vollständig abgestellt werden, da Schelven infolge Fliegerangriffes keinen Wasserstoff mehr liefern konnte. Am 17. März wurde dann mit Elektrolytwasserstoff, von dem etwa 500 m³/h zur Verfügung standen, mit einer Belastung von 1000 - 1100 l Reinalkohol/Stunde gefahren, bis am 22. März wieder Wasserstoff von der Gasabteilung in ausreichender Menge zur Verfügung stand.

Versuchsweise wurde die Belastung des Ofens mit 2 Einspritzpumpen bis auf 1,1 m³/h gesteigert. Ansetzen und Butanolneubildung verhinderten sich bei dieser Belastung (36 Stunden) nicht, der Differenzdruck im Ofen selbst betrug nur 5 atü, so daß bei der nächsten Gelegenheit versucht werden soll, einen Ofen für längere Zeit so hoch zu belasten.

Zur Zeit läuft der Ofen wieder mit einer voll angefahrenen Einspritzpumpe, und einer Belastung von 4 200 l Reinalkohol/Stunde ununterbrochen.

Baumann
Thay
Ob

200, 230, 232, 235, 111

I/235/M 2. 4. 41

641

| Bilanz der Aldolhydrierung | | März 1941 |
|---|---|---|
| In Betrieb | Kammer 2 | 25. - 31.3.41 |
| | Kammer 3 | 1. - 31.3.41 |
| Reinaldol | Eingang | 2 316,0 t |
| Rohbutol | Produktion | 2 328,0 t |
| | Abgabe an Butoldest. | 2 328,0 t |
| Mengenausbeute | | 100,5 % |
| " | d. Th. | 98,5 % |

## Analysen

| Reinaldol | | | Rohbutol | | |
|---|---|---|---|---|---|
| 72,02 % | Aldol 100 % | 1668,0 t | 70,16 % | Butol 100 % | 1633,3 t |
| 4,68 " | Acetaldehyd | 108,4 " | 5,15 " | Sprit | 119,9 " |
| 1,84 " | Crotonaldehyd | 42,6 " | 2,68 " | Butanol | 62,4 " |
| 2,68 " | Rückstand | 62,1 " | 2,68 " | Rückstand | 62,4 " |
| 18,78 " | Wasser | 434,9 " | 19,33 " | Wasser | 450,0 " |
| 100,00 % | | 2316,0 t | 100,00 % | | 2328,0 t |

## Ausbeute

| | | | | |
|---|---|---|---|---|
| Theoret. Menge | Reinbutol | 1706,2 t | 1633,3 t | = 95,7 % d. Th. |
| " " | Sprit | 113,4 " | 119,9 " | = 105,7 " " " |
| " " | Butanol | 45,1 " | 62,4 " | = 138,4 " " " |
| " " | Rückstand | 63,1 " | 62,4 " | = 98,9 " " " |
| | Wasser | | 450,0 t | = 103,5 Gew. % |

| $H_2$ - Zuschlag | | $H_2$ - Verbrauch | |
|---|---|---|---|
| Aldol | 38,2 t | Butol | 36,6 t |
| Acetaldehyd | 5,0 " | Sprit | 5,3 " |
| Croton | 2,5 " | Butanol | 3,4 " |
| Rückstand | 1,0 " | Rückstand | 0,9 " |
| | 46,7 t | | 46,2 t |



2302

**Wasserstoffverbrauch**

| | | |
|---|---|---|
| **errechnet** für 2316 t Reinaldol | 536 000 N $m^3$ $H_2$ 97,1 %ig (d = 0,113) | |
| für Entspannung (97,1 %iger $H_2$ 85 % im Kreislaufgas) | 103 500 N $m^3$ $H_2$ 97,1 %ig | |
| | 639 500 N $m^3$ $H_2$ 97,1 %ig | |
| | = **119,3 % d. Th.** | |
| **tatsächlich verbraucht** | 656 600 N $m^3$ $H_2$ 97,1 %ig | |
| | = **122,6 % d. Th.** | |

Kaay

Bub

110,200,111,230,232.

13. März 1941 /K
I/232

643

**Monatsbilanz Februar 1941.**
**Gesamtausbeute der Aldol - Butolstufe.**

**Acetaldehyd-Input der Produktion.**

| | | | | |
|---|---|---|---|---|
| 1 817,7 t Reinbutol | x 0,9776 | ——— | 1 777,0 t | Acetaldehyd |
| 152,6 t Sprit | x 0,9562 | ——— | 1 145,9 t | " |
| 44,5 t Butanol | x 1,1888 | | 52,9 t | " |
| 2 014,8 t | | | 1 975,8 t | Acetaldehyd |

**Acetaldehyd-Verbrauch für Produktion**

| | | |
|---|---|---|
| Für 2 605,0 t abgegebenes Reinaldol | 2 118,1 t | Acetaldehyd |
| " 1 000 t " " | 812,8 t | " |
| " 1 000 t erzeugtes Rohbutol | 801,0 t | " |
| " 2 670,65t verarbeitetes Rohbutol | 2 139,2 t | " |

Acetaldehyd-Ausbeute = $\frac{1\,975{,}8}{2\,139{,}2}$ x 100 = 92,5 %

Material - Ausbeute = $\frac{2\,014{,}8}{2\,139{,}2}$ x 100 = 94,2 %

**Acetaldehyd-Aufwand**
**für 100 kg Reinbutol**

$\frac{2\,139{,}2}{1\,817{,}7}$ x 100 = 117,6 kg

**Butolausbeute d.Th.**

| | |
|---|---|
| In der Butoldestillation erhalten | 1 817,7 Reinbutol |
| Aldolaufwand hierfür | 1 857,0 Aldol 100 % |
| theoret. Menge Butol | 1 899,6 Reinbutol |

Ausbeute d.Th. $\frac{1\,817{,}7}{1\,899{,}6}$ · 100 = 95,6 %

- 2 -

2176

[illegible] Materialausbeute liegt höher als in den Vorm[illegible] [illegible] von 317 t Rohsprit über die RMV an die [illegible] [illegible]ere Bewertung des Sprits zuließ als früher [illegible] jetzige Betriebszustand der Kammer 3 führte [illegible] Butolausbeute von 95,6 % d.Th. Aus dem [illegible] Aldehydaufwand pro 100 kg Butol [illegible]lich [illegible] (125,6 kg).

[illegible] Tage lang bei 3,1 t/h Reinbutol entsprechend [illegible] der 1. Ausbaues, die Monatsproduktion mit [illegible] [illegible] erst bei 71 %.

gez. Bub

ø 200, 230, 232, 235, 111



Herrn Dr. Baumann

I/235/M 3. 3. 41

645

**Bilanz der Aldolhydrierung** — **Februar 1941**

| | | |
|---|---|---|
| **In Betrieb** | Kammer 3 | 1. - 28.2.41 |
| **Reinaldol** | Eingang | 2606,0 t |
| **Rohbutol** | Produktion | 2643,0 " |
| | Abgabe an Butoldest. | 2643,0 " |
| **Mengenausbeute** | | 101,4 % |
| " | d. Th. | 99,4 " |

**Analysen**

| Reinaldol | | | Rohbutol | | |
|---|---|---|---|---|---|
| 70,52 % | Aldol 100 % | 1837,8 t | 69,43 % | Butol 100 % | 1835,0 t |
| 5,13 " | Acetaldehyd | 133,7 " | 5,57 " | Sprit | 147,2 " |
| 1,69 " | Crotonaldehyd | 44,0 " | 2,35 " | Butanol | 62,1 " |
| 2,54 " | Rückstand | 66,2 " | 2,54 " | Rückstand | 67,1 " |
| 20,12 " | Wasser | 524,3 " | 20,11 " | Wasser | 531,6 " |
| 100,00 " | | 2606,0 t | 100,00 % | | 2643,0 t |

**Ausbeute**

| | | | |
|---|---|---|---|
| Theoret. Menge | Reinbutol | 1880,9 t | 1835,0 t = 97,5 % d. Th. |
| " " | Sprit | 139,8 " | 147,2 t =105,3 " " " |
| " " | Butanol | 46,5 " | 62,1 t =133,6 " " " |
| " " | Rückstand | 67,2 t | 67,1 t = 99,9 " " " |
| " " | Wasser | | 531,6 t =101,4 Gew. % |

| $H_2$ - Zuschlag | | $H_2$ - Verbrauch | |
|---|---|---|---|
| Aldol | 43,1 t | Butol | 41,1 t |
| Acetaldehyd | 6,1 " | Sprit | 6,4 " |
| Croton | 2,5 " | Butanol | 3,4 " |
| Rückstand | 1,0 " | Rückstand | 1,0 " |
| | 52,7 t | | 51,9 t |



2109

**Wasserstoffverbrauch**

| | | |
|---|---|---|
| **errechnet** für 2606 t Reinaldol | 586 000 N $m^3$ $H_2$ 100 %ig | |
| | = 602 000 " 97,4 " | |
| | (d = 0,1098) | |
| für Entspannung (97,4 %iger $H_2$, 85 % im Kreislaufgas) | 104 000 N $m^3$ $H_2$ 97,4 %ig | |
| für Hydrierung von Rohbutanol und Sprit-Butanol-Wasser | 6 000 " " | |
| für Reduktion und Auffüllung von Kammer 2 | 4 000 " " | |
| | 716 000 N $m^3$ $H_2$ 97,4 %ig | |
| | = 697 000 N $m^3$ $H_2$ 100 %ig | |
| | = 119,0 % d. Th. | |
| **tatsächlich verbraucht** | 802 500 N $m^3$ $H_2$ 97,4 %ig | |
| | = 782 000 " 100 %ig | |
| | = 133,5 % d. Th. | |

**Rohbutanol- und Sprit-Butanol-Wasser-Nachhydrierung**

| | | |
|---|---|---|
| **In Betrieb** Kammer 1 | 30. 1. - 3. 2. 41 | |
| **Rohbutanol** Eingang | | 159,9 t |
| **Rohbutanol hydriert** Abgabe an Butoldest. | | 159,2 t |
| **In Betrieb** Kammer 1 | 17. 2. - 18.2. 41 | |
| **Sprit-Butanol-Wasser** Eingang | | 80,7 t |
| **Sprit-Butanol-Wasser hydriert** Abgabe an Butoldest. | | 81,4 t |

Pfirrmann

Haas

126

## Monatsbericht der Alkoholhydrierung

### Februar 1941

In Kammer 1 wurden vom 30. 1. - 3. 2. 41 160 t Rohbutanol nachhydriert. Es wurde der gleiche Kontakt wie für die erste Nachhydrierung im Dezember 1940 verwendet und ebenso wie damals ein einwandfreies Produkt erhalten. Vom 17. - 18. 2. 41 wurden 81 t Rohsprit-Butanol-Wassergemisch nachhydriert (vgl. Aktennotiz Dr. Haag vom 1. 3. 41). Die Kammer steht unter Wasserstoffdruck und ist anfahrbereit für die nächste Butanol-Nachhydrierungsperiode.

Kammer 2 wurde am 11. 2. 41 mit 5217 kg BBE-Kontakt Sendung 1 u. 2 (Durchschnittsanalyse 20,2 % Cu, 0,67 % Cr) gefüllt, am 21. 2. und folgende Tage reduziert und mit Rohbutol gespült. Seitdem steht die Kammer anfahrbereit unter Wasserstoffdruck.

Kammer 3 lief störungsfrei und hatte Ende des Monats (am 37. Arbeitstag) das 400 fache Kontaktvolumen an Reinaldol hydriert. Seit 16. 2. wurde die Einspritzpumpe voll ausgefahren, was einer Belastung von ca 4150 l Reinaldol/Stunde entspricht. Die Butanolneubildung ist noch ziemlich niedrig und beträgt 0,67 % bezogen auf Reinbutol über die gesamte Kontaktperiode gerechnet.

Schmidt

Haag

Bu.

110,111,200,250,252.



11. Februar 1941/K
I/232

Herrn Dr. Baumann

**Monatsbilanz Januar 1941.**

**Gesamtausbeute der Aldol-Butolanlage.**

**Acetaldehyd-Äquivalent der Produktion**

| | | | | |
|---|---|---|---|---|
| 1 136,0 t Reinbutol | x | 0,9776 | ——— | 1 110,6 t Acetaldehyd |
| 87,0 t Sprit | x | 0,9562 | ——— | 83,2 t " |
| 61,5 t Butanol | x | 1,1888 | ——— | 73,1 t " |
| 1 284,5 t | | | | 1 266,9 t Acetaldehyd |

**Acetaldehyd-Verbrauch für Produktion**

| | |
|---|---|
| für 1 851,0 t abgegebenes Reinaldol | 1 443,1 t Acetaldehyd |
| " 1 000 t " " | 779,6 t " |
| " 1 000 t erzeugtes Rohbutol | 771,3 t " |
| " 1 849,9 t verarbeitetes Rohbutol | 1 426,8 t " |

Acetaldehyd-Ausbeute = $\frac{1\,266,9}{1\,426,8}$ x 100 = 88,8 %

Material - Ausbeute = $\frac{1\,284,5}{1\,426,8}$ x 100 = 90,0 %

**Acetaldehydaufwand für 100 kg Reinbutol** $\frac{1\,426,8}{1\,136}$ x 100 = 125,6 kg — im Dez.40 126,6 kg

**Butolausbeute d.Th.**

| | |
|---|---|
| In der Butoldestillation erhalten | 1 136,0 t Reinbutol |
| Aldolaufwand hierfür | 1 226,8 t Aldol 100 % |
| theoret. Menge Butol | 1 254,9 t Reinbutol |

Ausbeute d.Th. $\frac{1\,136,0}{1\,254,9}$ x 100 = **90,5 %**

Die verringerte Butolausbeute ist darauf zurückzuführen, daß die zu Ende gegangene Kontaktperiode in der Aldolhydrierung ein hohes Niveau der zusätzlichen Butanolbildung den ganzen Monat über verursachte.

Hierdurch wirkte sich auch die erstmals mit gutem Erfolg durchgeführte Gewinnung des im Butolrückstand enthaltenen Butols (Rückbutols) nicht ausbeuteerhöhend aus.

Die übrigen ermittelten Daten liegen infolge kaum veränderter Fahrweise normal und fast so wie im Vormonat.

Der im Betriebsergebnis erscheinende Wasserstoffverbrauch der Aldolhydrierung ist in diesem Monat mit 166,5 % d.Th. außergewöhnlich hoch. Der mit großer Genauigkeit errechenbare Bedarf stimmt mit 122,7 % d.Th. mit dem erfahrungsgemäß dauernd bei 120 - 125 % liegenden Verbrauch sehr gut überein. Es ist demnach mit Sicherheit anzunehmen, daß die Messung der Betriebskontrolle viel zu ungenau ist.

gez. Krüger

650

110,111,200,230,232,235

I/235.



## Monatsbericht der Aldolhydrierung
## Januar 1941

Herrn Dr. Baumann

In Kammer 1 wurde am 30.1. mit der Nachhydrierung von Rohbutanol begonnen. Zusammenstellung erscheint im Februar - Bericht.

Kammer 2 wurde am 28.1. nach 47 Arbeitstagen abgestellt. Die ungewöhnlich kurze Lebensdauer des Kontaktes ergibt sich aus den im Dezember - Bericht angeführten Gründen. Mehrmalige Abstellung gleich am Anfang der Kontaktperiode und stark wechselnde Belastung dürften die Hauptgründe dafür sein.

Übersicht über den Verlauf der 1. Kontaktperiode:

Zeit: 13.12.40 - 28.1.41 = 47 Arbeitstage

Durchsatz: 2156 t Reinaldol = 270 faches Kontaktvolumen

Ausbeute: Anfangsausbeute: 97,0%
Endausbeute: 88,3%
Ausbeute über die ges. Kontaktperiode: 92,0%

Butanol: a) Gesamtproduktion 132 t = 6,1% bez. auf Rohbutol
= 9,9% " " Reinbutol

b) Neubildung am Schluß der Kontaktperiode: 3,1% bez. auf Rohbutol
3,5% " " Reinbutol

Neubildung über die ges. Kontaktperiode: 3,9% " " "

Methanol: 62,4 t = 3,9% bez. auf Rohbutol
4,7% " " Reinbutol

Temperaturverhältnisse von Anfang bis Ende: Ofeneingang Gas: 54 - 65°
Aldol : 45 - 55°
Ofenausgang : 95 - 100°

Kammer 3 wurde am 23.1. in Betrieb genommen. Sie wurde mit 5273 kg KEG-Kontakt Sendung 1 und 2 gefüllt ( Durchschnittsanalyse 20,1% Cu 0,5% Cr ) und hat bis Ende des Monats 477 t Reinaldol ( = 60 faches Kontaktvolumen ) hydriert. Die Ausbeute ist gut ( ca 97% ) und die Butanolneubildung so gering, daß die 1. Kontaktperiode der Kammer 3, gleichmäßige und störungsfreie Fahrweise vorausgesetzt, bessere Ergebnisse als die beiden anderen Kammern liefern wird.

Brandt
Haag

Herrn Dr. Baumann

Ch.W.I. | TD-Büro
Eing. 5. FEB. 1941
Nr. | H. | B. | Reg.

Ø 200,230,232,235,111 I/235/Ba 4.2.41

651

## Bilanz der Aldolhydrierung

Januar 1941

| | | |
|---|---|---|
| In Betrieb | Kammer 2 | 1. - 28.1.41 |
| | " 3 | 23. - 31.1.41 |
| Reinaldol | Eingang | 1851,0 t |
| Rohbutol | Produktion | 1871,0 t |
| | Abgabe an Butoldestillation | 1871,0 t |
| Mengenausbeute | | 101,1 % |
| " | d.Th. | 99,2 " |

### Analysen

**Reinaldol**

| | | |
|---|---|---|
| 67,04% | Aldol 100% | 1240,9 t |
| 4,81" | Acetaldehyd | 89,0 " |
| 1,96" | Croton | 36,3 " |
| 2,87" | Rückstand | 53,1 " |
| 23,32" | Wasser | 431,7 " |
| 100,00% | | 1851,0 t |

**Rohbutol**

| | | |
|---|---|---|
| 62,88 % | Butol 100% | 1176,5 t |
| 5,14 " | Sprit | 96,2 " |
| 5,25 " | Butanol | 98,2 " |
| 2,87 " | Rückstand | 53,7 " |
| 23,86 " | Wasser | 446,4 " |
| 100,00 % | | 1871,0 t |

### Ausbeute

| | | | |
|---|---|---|---|
| Theoret. Menge | Reinbutol | 1269,3 t | 1176,5 t = 92,7 % d.Th. |
| " " | Sprit | 93,1 " | 96,2 " =103,4 " " " |
| " " | Butanol | 38,4 " | 98,2 " =255,8 " " " |
| " " | Rückstand | 53,9 " | 53,7 " = 99,6 " " " |
| | Wasser | | 446,4 " =103,4 Gew. % |

**$H_2$ - Zuschlag**

| | |
|---|---|
| Aldol | 28,4 t |
| Acetaldehyd | 4,1 " |
| Croton | 2,1 " |
| Rückstand | 0,8 " |
| | 35,4 t |

**$H_2$ - Verbrauch**

| | |
|---|---|
| Butol | 26,4 t |
| Sprit | 4,2 t |
| Butanol | 5,4 t |
| Rückstand | 0,8 t |
| | 36,8 t |

**Wasserstoffverbrauch**

| | | |
|---|---|---|
| **errechnet** für 1851 t Reinaldol | 430 000 $m^3$ $H_2$ 100 %ig | |
| | = 444 000 $m^3$ $H_2$ 96,8 " | |
| | ( d = 0,116 ) | |
| für Entspannung ( 96,8 %iger $H_2$ 85 % im Kreislaufgas ) | 91 800 $m^3$ $H_2$ 96,8 %ig | |
| für Auffüllung der Kammern 1 + 3 | 10 000 $m^3$ $H_2$ " " | |
| | 545 800 $m^3$ $H_2$ 96,8 %ig | |
| | = 528 000 $m^3$ $H_2$ 100 %ig | |
| | = 122,7 % d.Th. | |
| **tatsächlich verbraucht** | 747 000 $m^3$ $H_2$ 96,8 %ig ( d = 0,116 ) | |
| | = 716 000 $m^3$ $H_2$ 100 %ig | |
| | = 166,5 % d.Th. | |

11. Januar 1941 /K
I/232

Monatsbilanz Dezember 1940.
Gesamtausbeute der Aldol-Butolstufe.

**Acetaldehyd-Äquivalent der Produktion**

| | | | | |
|---|---|---|---|---|
| 954,0 t Reinbutol | x 0,9776 | ——→ | 932,6 t | Acetaldehyd |
| 80,0 t Sprit | x 0,9562 | ——→ | 76,5 t | " |
| 63,0 t Butanol | x 1,1888 | ——→ | 74,9 t | " |
| 1 097,0 t | | | 1 084,0 t | Acetaldehyd |

**Acetaldehyd-Verbrauch für Produktion**

| | | |
|---|---|---|
| Für 1 306,0 t abgegebenes Reinaldol | 1 168,3 t | Acetaldehyd |
| " 1 000 t " " | 775,7 t | " |
| " 1 000 t erzeugtes Rohbutol | 768,6 t | " |
| " 1 571,3 t verarbeitetes Rohbutol | 1 207,9 t | " |

$$\text{Acetaldehyd-Ausbeute} = \frac{1\,084{,}0}{1\,207{,}9} \times 100 = 89{,}7\ \%$$

$$\text{Material-Ausbeute} = \frac{1\,097{,}0}{1\,207{,}9} \times 100 = 90{,}8\ \%$$

**Butolausbeute d.Th.**

| | |
|---|---|
| In der Butoldestillation erhalten | 954,0 t Reinbutol |
| Aldolaufwand hierfür | 1 009,6 t Aldol 100 % |
| theoret. Menge Butol | 1 031,9 t Reinbutol |

$$\text{Ausbeute d.Th.} = \frac{954{,}0}{1\,031{,}9} \times 100 = \underline{92{,}5\ \%}$$

Die Butolausbeute ist gegen den Vormonat mit 94,7 % etwas schlechter wegen erheblicher Croton- und Butanolbildung in der Aldolfabrik und Hydrierung. Der Produktionsabfall bzw. -ausfall in der zweiten Monatshälfte führte zu einer Qualitätsverschlechterung des länger gelagerten und behelzten Reinaldols, die sich in einer Croton- und Rückstandsnaol-

bildung ausdrückte. In der Hydrierung schloß die 1. Kontaktperiode mit erheblicher Butanolbildung ab, die durch den neuen Ofen II infolge der mannigfaltigen Störungen nicht wettgemacht werden konnte (vgl. die Monatsberichte d. Betriebe).

In der Butoldestillation wurde mit der Erzeugung von Reinbutanol aus hydriertem Rohbutanol begonnen, die in der erstmalig angefahrenen diskontinuierlichen Kolonne 7 recht zufriedenstellend verlief, wenn man von einigen technischen Mängeln und den Schwierigkeiten mit dem noch ungeübten Personal absieht.

Die Belastung der Anlagen sowie die Produktion hat sich gegenüber dem Vormonat nur unwesentlich geändert. Die Sollproduktion von 1 200 moto Butol konnte infolge Aldehydmangels nur zu 80 % erfüllt werden.

## Monatsbericht der Aldolhydrierung

### November 1940

**Kammer 1** wurde am 17.12.40, den 62. Arbeitstag abgestellt, nachdem sie vorher schon am 54. und 55. Arbeitstage wegen eines Rohrbruches der Hauptwasserleitung bzw. Stromausfalles zwischendurch abgestellt werden mußte.

**Übersicht** über den Verlauf der **1. Kontaktperiode**

**Zeit:** 14.10. - 17.12.40. = 62 Arbeitstage

**Durchsatz:** 3224 t Reinaldol = 403 fuchen Kontaktvolumen

**Ausbeute:** Anfangsausbeute: 97%

Endausbeute: 89%

Gesamtausbeute über die ges. Kontaktperiode: 94,4%

**Butanol:** a) Gesamtproduktion 153 t = 4,7% bez. auf Rohbutol

= 7,7% " " Reinbutol

b) Neubildung am Schluß der Kontaktperiode: 6% bez. auf Rohbutol

10,4% " " Reinbutol

c) " über die ges. " : 4% " " "

**Rückstand:** 85 t = 2,6 % bez. auf Rohbutol } nach Labor-Analysen

4,3 % " " Reinbutol

**Temperaturverhältnisse** von Anfang bis Ende Ofeneingang Gas: 65 → 70°

Aldol: 50 → 60°

Ofenausgang: 85 → 125°

Am vorletzten Tage wurde das Aldol nicht wie üblich über den Aldolvorwärmer dem Ofen zugeführt, sondern vor dem Regenerator in den Wasserstoffkreislauf eingespritzt. Das Aldol wird also auf diese Art wie bei der Butanolnachhydrierung im Regenerator aufgeheizt, so daß bei dieser Fahrweise der Aldolvorwärmer wegfallen könnte.

Analysen der Proben vor und nach Aldolvorwärmer zeigten, daß das Reinaldol durch das Aufheizen auf 50 - 60° im Aldolvorwärmer in seiner Zusammensetzung nicht verändert wird, wie aus dem nachfolgenden Analysen hervorgeht, ist dies jedoch beim Aufheizen im Regenerator ( Austrittstemperatur ca 105° ) nicht der Fall.

| Probe | Zeit | Aldol 100% | Crotonaldehyd |
|---|---|---|---|
| 1. vor Regenerator | nach 4 Stunden | 65,2 % | 2,6% |
| nach " | " | 64,8 " | 3,3" |
| 2. vor " | nach 9 Stunden | 65,3 " | 2,8" |
| nach " | " | 63,8 " | 4,3" |
| 3. vor " | nach 22 Stunden | 65,5 " | 2,4" |
| nach " | " | 64,3 " | 4,1" |

Es ist hiernach deutlich erwiesen, daß durch das Aufheizen des Reinaldols im Regenerator der Crotongehalt beträchtlich steigt. Die Verluste an Aldol 100 %ig durch Crotonisierung betrugen bei diesem Versuch etwa 2 % bei einer Verweilzeit im Regenerator von 8 Minuten bei 1,5 $m^3$/h Aldoldurchgang.

Anschließend an die Aldolhydrierung wurde in der Kammer 1 Rohbutanol nachhydriert, nachdem vorher 10 kg primäres K-phosphat in wässriger Lösung auf den Kontakt aufgebracht waren. Der für die hydrierende Spaltung der Acetale günstige $P_2O_5$-Gehalt des Kontaktes liegt bei 0,5 %, eine Menge, die vermutlich bei der kurzen Kontaktperiode vom Aldol her nicht zugeführt werden war. Vom 20. - 26.12.40. wurden 205 t Rohbutanol zum Schluß mit einem stündlichen Durchsatz von 2400 l Rohbutanol nachhydriert. Die im Labor aufdestillierten Proben des hydrierten Rohbutanols zeigten einwandfreie Schwefelsäure- und Permangenatfeste. Da die Wirksamkeit des Kontaktes am Schlusse nicht merklich nachgelassen hatte bleibt er für die nächste Nachhydrierung von Rohbutanol im Ofen.

Kammer 2 wurde am 13.12. in Betrieb genommen. Sie wurde mit 5167 kg HAH Kontakt der gleichen Sorte wie für Kammer 1 gefüllt (20,3 % Cu, 0,7% Cr) und hat bis Ende des Monats 771 t Reinaldol ( = 96 faches Kontaktvolumen ) hydriert. Schon nach 10 Betriebsstunden mußte sie wegen Stromausfalles für 24 Stunden abgestellt werden, ebenfalls nach 9 Arbeitstagen wiederum für 10 Stunden. Vom 23.12. bis Ende des Monats mußte Scholvener Wasserstoff mit ca. 0,05 % Kohlenoxyd gefahren werden, da die Gasabteilung wegen Betriebsstörungen keinen Wasserstoff liefern konnte. Wegen Aldehydmangels mußte über Weihnachten mit der sehr geringen Menge von 800 l Reinaldol / Stunde gefahren werden, nachdem die Belastung vom 17. - 21. Dezember ( 5. - 8. Arbeitstag ) schon 2700 - 2800 l Reinaldol / Stunde betragen hatte.

Alle diese Unregelmässigkeiten bewirkten zusammen mit einem teilweise wieder sehr stark schwankenden Wasserstoffdruck und vorübergehend stark gelb gefärbtem Aldol mit sehr hohem Crotongehalt ( bis 9 % ) einen für die kurze Betriebszeit des Kontaktes verhältnismässig hohen Methanbildung. Sie stieg stellenweise bis auf 5 % bezogen auf Rohöl an und betrug Ende des Monats über die bis dahin verflossene Kontaktperiode gerechnet 4 % bezogen auf Reinöl. Wir schliessen aus diesen Werten, daß der Kontakt wohl kaum die Lebensdauer der Füllung von Kammer 1 erreichen wird, wenn auch bei gleichmässiger Belastung und gleichmässiger Fahrweise vielleicht noch eine Besserung seiner Wirksamkeit eintreten kann.

Kammer 1 wurde am 5.1.41. mit Kontakt beschickt und kann nach Fertigstellung der Messeinrichtungen reduziert werden.

Brandt

[illegible], 230, 232, 235,111.

Ch. W[illegible] TD
Eing.

I/235 /3.1.41./Ba.

**Bilanz der Alkoholisierung** — **Dezember 1940**

Herrn Dr. Baumann

| | | |
|---|---|---|
| [illegible] | Kammer 1 | von 1. - 17.12.40. |
| | " 2 | von 13. - 31.12.40. |
| [illegible] | Eingang | 1506,0 t |
| [illegible] | Produktion | 1520,0 t |
| | Abgabe an Entaldehydillation | 1520,0 t |
| [illegible] | | 100,9% |
| " | d.Th. | 98,4% |

## Analysen

**Reinalkohol**

| | | |
|---|---|---|
| 62,76% | Alkohol 100% | 990,2 t |
| 4,85" | Acetaldehyd | 76,7 " |
| 2,27" | Crotom | 35,4 " |
| 2,98" | Rückstand | 44,9 " |
| 27,14" | Wasser | 353,7 t |
| 100,00% | | 1506,0 t |

**Rohbutol**

| | | |
|---|---|---|
| 61,56 % | Butol 100% | 935,7 t |
| 5,07 " | Sprit | 77,1 " |
| 6,20 " | Butanol | 94,2 " |
| 2,87 " | Rückstand | 43,6 t |
| 24,30 " | Wasser | 369,4 t |
| 100,00 % | | 1520,0 t |

## Ausbeute

| | | | | |
|---|---|---|---|---|
| Theoret. Menge | Reinbutol | 1013,0 t | 935,7 t = | 92,4 % d.Th. |
| " " | Sprit | 80,2 " | 77,1 " = | 96,1 % " " |
| " " | Butanol | 40,6 " | 94,2 " = | 232,0 % " " |
| " " | Rückstand | 45,6 " | 43,6 " = | 95,6 % " " |
| | Wasser | | 369,4 " = | 103,9 Gew. % |

**Eg - Zuschlag**

| | |
|---|---|
| Alkohol | 29,7 t |
| Acetaldehyd | 3,5 " |
| Crotom | 2,2 " |
| Rückstand | 0,7 " |
| | 36,1 t |

**Eg - Verbrauch**

| | |
|---|---|
| Butol | 21,0 t |
| Sprit | 3,4 " |
| Butanol | 4,7 " |
| Rückstand | 0,6 " |
| | 29,7 t |

**Wasserstoffverbrauch**

| | |
|---|---|
| errechnet für 1506 t Reinaldol | 353 000 m³ $H_2$ 100 %ig |
| | = 365 000 m³ $H_2$ 96,7 " |
| für Entspannung (96,7 %iger $H_2$ 85% $H_2$ im Kreislaufgas) | 80 000 m³ $H_2$ " |
| für Auffüllung der Kammer 2 | 6 000 m³ $H_2$ " |
| | 451 000 m³ $H_2$ 96,7 %ig |
| | = 436 000 m³ $H_2$ 100 %ig |
| | = 121,2% d.Th. |
| tatsächlich verbraucht | 403 800 m³ $H_2$ 96,7 %ig |
| | = 390 000 m³ $H_2$ 100 %ig |
| | = 110,6 % d.Th. |

**Rohölsaal - Hochhydrierung**

| | | |
|---|---|---|
| Im Betrieb | Kammer 1 | vom 20. - 26.12.40. |
| Rohölsaal | Eingang | 206,0 t |
| Rohölsaal hydriert | Abgabe an Rohöldestillation | 206,0 t |

Herrn Ing. Meyer,
Hauptwerkstätte.
-.-.-.-.-.-.-.-.-.

Herrn Dr. Baumann

II/4221/HH 341

**HH 341, Auskleiden des Sumpfes der Kolonnen IV und IVa**

Anbei übersenden wir Ihnen die Bestellscheine (Einzelabrechnungen 2306 und 2307) für das Auskleiden der Sümpfe der Kolonnen IV und IVa in HH 341 mit 2,5 mm starkem Resanit 1610 S. Gleichzeitig legen wir Ihnen die Zeichnungen HF 1271-1 für Kolonne IV und HF 1084-1 für Kolonne IVa bei. Die Sümpfe sollen bis unter den untersten Boden ausgekleidet werden, einschliesslich der Stutzen. Wie mit Ihnen vereinbart, werden Sie das erforderliche Blech- und Elektrodenmaterial selbst beschaffen. Da die ganze Kolonne im Betriebsfeld unter hohem Vakuum steht, ist es erforderlich, dass die ganze Auskleidung durch 4-5 cm weit auseinanderliegende Lochschweissung gut mit dem eisernen Kolonnenmantel verbunden wird.

Als Begründung für die Ausnahmegenehmigung bitten wir anzuführen:

"Es hat sich bei den gleichen Kolonnen im Werk Schkopau gezeigt, dass nach nur einjähriger Betriebszeit die Blechstärke im Boden und Mantel des Kolonnensumpfes infolge Korrosion und Erosion durch Ausscheidungen um 2 mm abgenommen hat. Der Sumpfinhalt ist zwar normalerweise alkalisch, wird aber zeitweise auch schwach sauer (organische Säuren). Durch die Schwächung des Sumpfmantels, auf dem die ganze Kolonne ruht, wird die Standsicherheit der Kolonne aufs ernsteste gefährdet."

Es kann zunächst Kolonne IVa, die in etwa 4 Wochen angeliefert wird, ausgekleidet werden. Die Auskleidung soll möglichst bis Juni 41 fertiggestellt sein. Dann wird Kolonne IVa in Betrieb genommen und Kolonne IV zur Auskleidung ausser Betrieb genommen.

2 Bestellscheine
2 Zeichnungen HF 1271-1, HF 1084-1

110, 200, 230, 232, 400, 420, 4221, 4290

110,200,111,230,232.



Herrn Dr. Baumann

10. Dezember 1940/K
I/232

**Monatsbilanz November 1940.**

**Gesamtausbeute der Aldol - Butolstufe.**

**Acetaldehyd-Äquivalent der Produktion**

| | | | | |
|---|---|---|---|---|
| 943,4 t Reinbutol | x 0,9776 | ——— | 922,3 t | Acetaldehyd |
| 63,0 t Sprit | x 0,9862 | ——— | 62,2 t | " |
| 49,5 t Butanol | x 1,1888 | ——— | 58,9 t | " |
| 1 057,9 t | | | 1 043,4 t | Acetaldehyd |

**Acetaldehyd-Verbrauch für Produktion**

| | | |
|---|---|---|
| Für 1 617,0 t abgegebenes Reinaldol | 1 260,3 t | Acetaldehyd |
| " 1 000 t " " | 779,4 t | " |
| " 1 000 t erzeugtes Rohbutol | 767,1 t | " |
| " 1 526 t verarbeitetes " | 1 170,6 t | " |

Acetaldehyd - Ausbeute = $\frac{1\,043{,}4}{1\,170{,}6}$ x 100 = 89,1 %

Material - Ausbeute = $\frac{1\,057{,}9}{1\,170{,}6}$ x 100 = 90,4 %

**Butolausbeute d.Th.**

| | |
|---|---|
| In der Destillation erhalten | 943,4 t Reinbutol |
| Aldolaufwand hierfür | 973,4 t Aldol 100 % |
| theoret. Menge Butol | 995,7 t Reinbutol |

Ausbeute d.Th. $\frac{943{,}4}{995{,}7}$ x 100 = 94,7 %

Die verhältnismäßig niedrige Materialausbeute erklärt sich daraus, daß die Butolrückstände als nicht verwertbar unberücksichtigt bleiben müssen und die angefallenen Rohsprit- und Rohbutanolmengen vorsichtig bewertet wurden mangels zuverlässiger Ausbeuten bei der Aufarbeitung zu Reinbutanol bzw. Reinsprit. Die Butolausbeute entspricht auch nicht ganz der praktisch erreichbaren, weil die Butolrückstände mit 20 % Butol ausgefahren werden mußten. Diese Menge soll nach Möglichkeit nachträglich noch herausgeholt werden, sobald die Kol.5 fertiggestellt sein wird.