

Aldol - FabrikI. Aldolisator

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

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

Bei der Leitungsführung im Aldolisator ist darauf zu achten, daß tote Räume vermieden werden. In Schkopau leistet ein Aldolisator maximal 1,5 t Aldol 100% pro Stunde entsprechend 10 000 Jato Buna S.

Kalilauge:

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

Kühlwasser:

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

Der Aldolisator besteht aus zwei Paketen zu je acht Einheitskühlern. In Schkopau sind in jedem Paket sechs Einheitskühler an das Kühlwasser angeschlossen. Die Kühlfläche pro Kühler beträgt 60 cm, so daß 12 x 60 cm = 720 cm² Kühlfläche pro Aldolisator zur Verfügung stehen. Der K-Wert wird mit 200

x) *Empfehlung für geeignete Kühlwasser*

46% ~ -33,5° C

16,8% ~ -11,5° C

8,4% ~ -4,5° C

angenommen. Die Maximalleistung eines Aldolisators ist 2,5 t Aldol 100%. Der Kühlwasserverbrauch schwankt je nach Wassertemperatur zwischen 10 - 250 cbm/h und wird durch Durchflussmesser auf der Messstapel angezeigt. Die Kühlwasserführung ist so geschaltet, daß beide Kühlerrakete eines Aldolisators parallel und hintereinander gefahren werden können. Schkopau fährt aber ausschließlich in Parallelschaltung. Da auch der Ausfall des Kühlwassers sehr unangenehme Folgen haben kann, schlägt Schkopau vor, die Kühlwasserleitung als Ringleitung zu verlegen, damit mehrere Anschlüsse zur Verfügung stehen und dadurch ein Ausfall des Kühlwassers mit Sicherheit vermieden wird.

Wasserkühlanlage:

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

Werkstoff:

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

Essigsäuregefäß:

Um die Aldolisation plötzlich abstoppen zu können, steht neben dem Aldolisator ein kleines Gefäß von 18,6 dm Inhalt mit einer Essigsäurerfüllung. Die Menge der ca. 65%igen Essigsäure entspricht dem Alkaligehalt des Aldolisators und muß deshalb auf den wechselseitigen Alkalität abgestimmt sein. Da die Gefahr besteht, daß die Essigsäure im Winter einfriert, hat Schkopau eine Heizung für dieses Gefäß vorgesehen. Diese aber bisher nie benutzt und empfiehlt auch, die Beheizung fortzulassen. Schkopau hat die Konzentration der Essigsäure mit der Aussentemperatur gewechselt. Im Winter wird die Essigsäure mit tiefstem Gefrierpunkt eingefüllt, im Sommer eine beliebige. Schkopau macht noch darauf aufmerksam, daß es keinen Sinn hat, die

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

Spezifisches Gewicht im Aldolisator:

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

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

II. Neutralisation (Schleuderhaus)

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

Phosphorsäure:

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

x) Erkennungsgrenze mäßig für 12 PV

78% = bei - 60° fap Zeit ; bei - 100° ...

68% = " " " "

34% = ... bei - 130°

Auskleidungen, sondern auch V₂A angegriffen wird. Es wird eine Warmwasser-Beheizung mit Butolwasser vorgeschlagen. Eine Kühlung ist nicht erforderlich sofern darauf Bedacht genommen wird, daß bei der Einstellung der Säure nicht zu heißes Kondenswasser benutzt wird. Bisher erfolgte die Dosierung der Phosphorsäure in Schkopau mit Schwingnebelpumpen. Von dieser Methode ist Schkopau abgegangen und dosiert mit Ventilen aus einer unter konstantem Vordruck gehaltenen Verteilerleitung. Es werden ca. 15 - 20 l Phosphorsäure pro Stunde für jedes Neutralisiergeräß benötigt. Die Probe zur Bestimmung des pH wird aus dem Verweilgeräß nach der Zentrifuge gezogen.

Der Zweckmäßigste und beste Werkstoff für verdünnte Phosphorsäure ist V₂A, wobei allerdings zu berücksichtigen ist, daß auch V₂A bei Temperaturen über 70°C gegen verdünnte Phosphorsäure unbeständig ist. Gefäße und Leitungen größeren Querschnitts sind auch gummiert oder phenyltaliert brauchbar. Nickelfreie Chromstähle sind erst bei einem Mindestgehalt von 15% Chrom gegen verdünnte Phosphorsäure beständig z.B. Juronit. Nach neueren Versuchen ist bei 20 - 30° auch Blei beständig, es ist aber noch nicht untersucht, ob Bleispuren im Aldol in der Hydrierung stören. Auch Vinidur und Oppanol kommen als Austauschstoffe in Frage. Die Dosierungsleitung (ca. 5 mm lichte Weite) sollte nur aus V₂A hergestellt werden. Kunststoffleitungen sind mit Vorsicht zu behandeln, da eine Heizung vorgesehen werden muß und ausserdem Druck in den Leitungen auftreten könnte. Für die Phosphorsäure-Kreiselpumpe ist Chromguß geeignet. Sie darf nicht zu groß gewählt werden. Pumpen, Leitungen und Ventile müssen aufeinander abgestimmt werden, damit der notwendige Vordruck in der Leitung gehalten werden kann und eine feine Einstellung des Ventils möglich ist. Gesamtfördermenge für 4 Aldolisatoren: 60 - 80 l/h

Neutralisationsgefäße:

Die Neutralisation erfolgt in Schkopau in kleinen Kol-Gefäßen aus CuAl, welche in der Größe völlig ausreichend sind. Es wird auf pH₆ gestellt. Das neutralisierte Rohaldol läuft in ein Verweilgeräß von 1500 l Inhalt über (die erforderliche Mindestverweilzeit ist ca. 20 Minuten). Hier erfolgt nach 20 Minuten ausreichende Kristallisation. Auch das Verweilgeräß ist in Schkopau aus V₂A. Es könnten hier auch die unter "Phosphorsäure" genannten Austauschstoffe verwandt werden. Es muß aber Vorsorge getroffen werden, daß der Inhalt des Gefäßes nicht alkalisch wirkt, da sonst die Kunststoffauskleidung zerstört wird. Es wird bezweifelt, ob diese Forderung im ersten Gefäß erfüllt werden kann. Ein örtlicher Überschuß von KOH wird sich kaum vermeiden lassen, weshalb muss angestrebt werden, für das Neutralisiergeräß unbedingt CuAl einzusetzen. Ebenso kommt für die Armaturen nur V₂A in Frage. In jedes Verweilgeräß sind 3 Überlaufstutzen mit Verdrängerventilen eingebaut. Verdrängerventile sind notwendig, da sich an den Ventilen Salzkrusten abscheiden. Diese Verdrängerventile müssen unbedingt aus V₂A sein, da korrodierte Ventile den notwendigen tadellosen Abschluß in Frage stellen. Schkopau vertritt die Ansicht, daß wenn das Neutralisiergeräß oder Verweilgeräß mit Kunststoff ausgekleidet ist, in diesem Fall über diese Gefäße noch ein kleines Gefäß mit Phosphorsäure angeordnet werden muß, damit bei Ausfall der Phosphorsäure unbedingt dafür Sorge getragen wird, daß das Aldol nicht alkalisch bleibt und verharzt. Die Verdrängerventile werden vom Zentrifugenhäus mit Druckbutol gesteuert.

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

Raumaufteilung im Schleuderhaus:

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

Aufstellung der Zentrifugen:

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

Stopfbüchsenabsaugung:

Aus der Stopfbüchse (Asbest-Blei-Packung = Kötze-Packung), welche sehr sauber angezogen werden muß, tritt immer etwas Acetaldehyd aus, welches zu einer großen Geruchsbelästigung führen würde. Schkopau hat deshalb um die Stopfbüchse einen Blechring gelegt und saugt aus diesem Ring beständig mit einem Körting ab, welcher mit Aldoldehydwasser betrieben wird. Da durch die Fugen des Ringes immer etwas Luft angesaugt wird, treten in den Ansaugleitungen Oxydationen auf. Es bildet sich Essigsäure, die zu Korrosionen Anlaß gibt. Um dies zu verhindern, schlägt Schkopau vor, hinter den Absaugring einen zweiten zu legen, auf welchen 500 mm Stickstoff gezwängt wird, sodaß der Körting durch die Undichtigkeit des ersten Ringes nicht Luft sondern Stickstoff ansaugt. Es wird erwartet, daß dadurch die Oxydation in den Ansaugleitungen weitgehend vermieden werden kann. Die Einföhrung der Ansaugleitungen in die Sammelleitung muß unbedingt von oben erfolgen, damit saueres Kondensat nicht zurückfließen kann. Die Ansaugleitungen sind mit Gefälle zu versehen. Am Hiefpunkt sind Sammelbehälter angebracht, welche eine automatische Entleerung über einen Tauchtopf haben.

Zentrifugen:

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

Aus den Schleudern verläuft das Rohaldol in ein Sammelgeräß mit PST-Stand-Regler. ~~Von hier~~ wird die Probe zur Bestimmung des pH gezogen. Aus diesem Sammelgefäß wird das Produkt durch ein Scheibler-Filter, welches im Schleuderhaus aufgestellt ist, in einen 50 cbm - Zwischenbehälter gepumpt, aus welchem es über einen Ovalradmesser in das Tanklager befördert wird. Die Aufstellung dieses Zwischenbehälters ist nicht notwendig, sofern das Tanklager nicht so weit entfernt ist. Der Ovalradmesser ist zur Kontrolle des Ein- und Ausgangs sehr wichtig. Es ist unbedingt erforderlich, nach der Neutralisation alle Leitungen und Behälter kopfweit vorzusägen, da Gefahr besteht, daß Verstopfungen der Leitungen durch nachträgliche Kristallisationen von Phosphat auftreten.

Pumpen:

Als Pumpen nach der Neutralisation werden Siluminpumpen benutzt. Auch Pumpen aus Chromguß mit einem Mindest-Chrom-Gehalt von 18% sind genügend korrosionsfest. Schkopau hat auch recht gute Erfahrungen mit Steinzeugpumpen gemacht, wobei sowohl Läufer als auch Gehäuse aus Steinzeug waren. Solche Pumpen müssen nur durch ein Metallgehäuse vor Beschädigungen geschützt werden.

Filtration:

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

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

Das Gehäuse der Scheibler-Filter ist unhygienisiert. Bislang keine Schwierigkeiten sind bisher nicht aufgetreten.

Bedienung der Filter:

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

Bedienungshaus:

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

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

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

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

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

III. Destillation

Die Destillationkolonne ist aus Aluminium. So Neutral-aldol ist Eisen peinlichst zu vermeiden, Spuren Eisen inaktivieren den Hydrrierkontakt. Auch der Wiederaufkocher ist aus Aluminium. Es sind Versuche gefahren worden mit einem Wiederaufkocher aus Kupfer. Es hat sich aber herausgestellt, daß sich im Kupferverdampfer starke Krusten bilden. Die Verkrustung tritt auch im Aluminiumverdampfer, wenn auch im geringem Umfang auf (Phosphatkruste). Die Verdampfer müssen alle Vierteljahre gereinigt werden. Es ist aber nicht notwendig, deshalb die Kolonne mit 2 Verdampfern zu versehen, sofern eine Reservekolonne vorhanden ist. Das Anfahren einer Kolonne erfordert nur wenig Zeit, da im Sumpf nur ca. 100 l Flüssigkeit stehen. Zum Anfahren der Kolonne wird diese mit Stickstoff gefüllt. Hierauf wird das Produkt zugefahren und die Kolonne aufgereinigt, bis sie Druck bekommt. Der Druck wird über Dach abgelassen und dadurch der Stickstoff entfernt. Die Kolonne selbst ist nicht mit Stickstoff belüftet. Die Inertgase werden im Kondensator abgezogen. Die Aldehydvorlage ist mit dem Kondensator durch eine Belüftungsleitung verbunden. Ein Eintreten von Sauerstoff in die Kolonne, und damit Oxydationen in der Kolonne, ist also nicht möglich, oder zum mindesten wenig wahrscheinlich. Eine Mischung von Wasser vor Eintritt in die Destillationskolonne erfolgt in Schkopau nicht mehr. Das zur Reduktion notwendige Wasser wird in dem Gefäß für kaltes und warmes Aldol zugesetzt, und wird mit einer Wasseruhr gemessen. Das Dosierventil befindet sich am Bedienungsstand. In Schkopau wird in den Sumpf der Kolonne wie bisher noch Einspritzdampf eingeblasen. Es besteht aber die Absicht, hiervon abzugehen. Dieser Einspritzdampf wird aus der Niederdruckleitung entnommen. Der Dampfdruck wird mit Askania-Regler geregelt, die Dosierung erfolgt durch ein Bedienungsventil am Bedienungsstand. Nach Angaben von Schkopau wechselt das pH des Einspritzdampfes mehr, so daß sich mit dem Einspritzdampf auch das pH des Reinaldols ändert. Das Einspritzen von Dampf hat ausserdem infolge örtlicher Überhitzung Crotonaldehyd-Bildung zur Folge. Der Heizdampf für den Wiederaufkocher wird bisher nicht geregelt. Eine Regelung ist aber vorgesehen. Der Wiederaufkocher wird mit Niederdruckdampf gefahren. Der Betriebsdruck wechselt zwischen 1,2 - 2,5 atü maximal. Der zur Verfügung stehende Niederdruck in Schkopau ist 2,5 atü. Ein wesentlich höherer Druck darf nicht zugelassen werden, da bei 3 atü die Festigkeit des Aluminiums sehr absinkt. Es wurden Versuche unternommen, den Wiederaufkocher mit höherem Dampfdruck zu betreiben, mit dem Ziel, durch möglichst schnelle Aufheizung die Verweilzeit im Wiederaufkocher wesentlich abzukürzen. Diese Versuche sind bisher gescheitert, zeiten aber noch nicht als abgeschlossen. Der Heizkörper muß in diesem Falle aus legiertem Stahl erstellt werden. Bei einer Heizfläche von 10 qm ist nach Schkopauer Angaben die Leistung eines Wiederaufkochers 0,5 t Aldol 100% /h, was einer Leistung des Aldolisators von 7,5 t/h entspricht (ein Teil des Aldols wird in der Kolonne in Acetaldehyd gespalten). Schkopau ist bemüht, von dem 4-stufigen Verdampfer auf einen einstufigen Verdampfer überzugehen. Die Heizfläche hierfür wird mit 90 qm veranschlagt.

Entlüftungsleitungen:

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

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

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

Waschturm:

Es ist eine phenyltalisierete Eisenrohre mit 100 mm Durchmesser, 3 m Höhe mit Raschigringen gefüllt. Die Aufgabe ist ca. 100 l Aldehydwasser an. Die Kolonne wird für Auschwitz ausreichen, für Schkopau ist sie etwas zu kleingeworden. Die Konzentration des Aldehydwassers soll unter 8% bleiben. Dieses Aldehydwasser wird in einer Ausquetschkolonne destilliert, welche mit direktem Dampf betrieben wird. Der Rücklauf wird mit Kondenswasser gefahren, das Destillat wird in einer Vorlage gesammelt. Der Sumpfablauf wird auf weitgehende Aldehydfreiheit durch eine Prüfungsprobe mit Schwerelekkohlenstoff untersucht.

Kondensatwasser:

Das Kondenswasser wird benutzt:

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

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

Zusammensetzung des Reinaldols:

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

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

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

Rückaldehyd:

Der Rückaldehyd ist sehr rein (wesentlich reiner als der eingesetzte Aldehyd). Er wird nicht im Tanklager gelagert, sondern fließt über das 60 cbm -Zwischengefäß in die Aldolisation zurück.

IV. Tanklager

Schkopau schlägt vor, das Tanklager so anzulegen, das die Produktion von 1 1/2 Tagen gelagert werden kann. Folgende Produkte sind zu lagern:

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

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

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

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

Werkstoff:

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

In Schkopau sind aufgestellt:

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

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

ragen zu lassen, und oben ein Mannloch anzubringen.

In Schkopau sind ferner vorhanden:

2 Tanks à 60 cbm für Reinaldol und 2 Tanks à 60 cbm für Rohaldol. Die Aldoltanks haben ihren Abgang im Boden. Der Abgangsstutzen ragt etwas über den Boden, damit die sich am Boden abgelagerten Salze nicht in die Leitung eintreten können. Schkopau hat sämtliche Leitungen doppelt verlegt. Die Belüftungsleitung geht über einen Blubbertopf. Die Blubbertöpfe sind nach der Schkopauer Ausführung etwas zu niedrig. Sie müssen ca. 10 - 20 cm höher sein. Reinaldol muß mit einem Vordruck von etwa 1,5 atü zur Hydrierung gefördert werden.

Meßorgane:

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

Pumpenstube:

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

Brandbekämpfung:

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

V. Belegschaft

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

Schichtarbeiter:

1 Schichtmeister
1 Vorarbeiter für Aldolisation und Schleudernaus.
1 Vorarbeiter für Destillation und Tanklager
4 Aldolisatorenfahrer, 3 Schleuderrfahrer, 1 Kolonnenfahrer
1 Pumpenwärter für Aldolisation und Schleudernaus
2 Pumpenwärter für Destillation und Tanklager
2 Tankwärter
1 Pumpenschlosser

Aldol - FabrikHülsA. RohaldolI. Allgemeines

Die derzeitige Leistung der neuen Aldolisatoren in Hüls (Inhalt 20.36 cbm) ist bei einem Zugang von 9.5 t/h Acetaldehyd ca. 4 Tonnen Aldol 100%. Diese Erhöhung der Leistung gegenüber Schkopau (2.5 t/h Aldol 100% pro Aldolisator) wurde durch eine Abänderung der Fahrweise erreicht. Während in Schkopau der Aldolisator bei einem Titer von 0.6 - 0.7 ccm $\frac{n}{2}$ KOH von 10 ccm Aldolisierungsgemisch bis zu 50% Umsatz getrieben wird, aldolisiert Hüls mit einem Titer von 0.30 - 0.32 nur bis zu einem Umsatz von 47%. Entsprechend dem niedrigeren Titer wurde in Hüls die KOH-Konzentration gegenüber Schkopau (22% - bisher 34%) erheblich gesenkt und schwankt z.Zt. zwischen 5.6 - 11.2 %. Die Phosphorsäure-Konzentration liegt in Hüls konstant bei 17.2% (Schkopau 34%). Diese Absenkung der Konzentration in Hüls war unbedingt erforderlich, damit im neutralen Aldol noch genügend Wasser enthalten ist. Ein Wassergehalt von mehr als 0.7% im neutralisierten Aldol muss gefordert werden, da bei geringerem Wassergehalt die Schleuderlaufzeiten infolge schlechter Kristallisation und dadurch bedingter weitgehender Nachkristallisation sehr abfallen. Hüls fährt mit einem Wassergehalt von ca. 0.8 - 1.2 %, Schkopau mit 1.4 - 1.3 %. Entsprechend dem kleinen Titer ist der Laugeverbrauch in Hüls sehr gering und beträgt z.Zt. nur ca. 0.2 Volumenprozent KOH 50%ig auf eingesetztes Acetaldehyd (ca. 1 t KOH 100% auf 450 t verbrauchtes Acetaldehyd). Die Verweilzeit im Aldolisator in Hüls ist ca. 2 1/2 Stunden.

Hüls ist mit dem Umsatz zurückgefahren, als beobachtet wurde, daß die Kristallisationsgeschwindigkeit des Phosphats nach der Neutralisation mit zunehmendem Umsatz sehr absinkt. Bei einem Umsatz von 47% erfolgt die Kristallisation sehr schnell und ist praktisch nach kurzer Zeit im Kristallisiergeräß beendet. Nachkristallisation in der Schleuder oder nach der Schleuder wurden kaum noch beobachtet. Durch diese weitgehende Ausschaltung von Nachkristallisation im besonderen in den Filtertüchern der Zentrifuge konnten die Laufzeiten der Zentrifuge ganz erheblich erhöht werden. Sie betragen in Hüls bei einem Acetaldehyd-Einsatz von 7.3 cbm/h 25 - 26 Stunden, bei 10 cbm/h Acetaldehyd-Einsatz ca. 20 Stunden. (In der Zentrifuge wird ein Teil des Wassers mit dem Salz ausgeschleudert). Auch im Auffanggefäß nach den Schleudern wurde eine Nachkristallisation nicht mehr beobachtet. Die geringe Menge des dort vorgefundenen Salzes ist wahrscheinlich durch Überspritzen in der Zentrifuge dorthin gelangt.

Das zur Kristallisation in Hüls angewandte pH ist wie in Schkopau 5.9 - 6.0. Es wird aber nach den Schleudern durch alkalisches Aldol aus dem Aldolisator auf 6.1 - 6.3 nachgestellt, es sinkt in der Destillation wieder auf 6.0 - 6.1 ab. Hüls geht mit dem höheren pH in die Destillation, weil die Anschauung besteht, daß die Spaltung der angenommenen Doppelverbindung Acetaldehyd-Aldol bei höherem pH weitgehender und leichter vor sich geht. Es wird erwartet, daß durch ein höheres pH ein höherer Durchsatz durch die Kolonne erreicht werden kann.

II. Aldolisation

1) Aldolisator

In Hüls wird Acetaldehyd im Tanklager der Acetaldehyd-Fabrik gelagert. Das wird als Mißstand empfunden, da es dadurch nicht möglich ist, eine stets gleichbleibende Mischung des Frischaldehyds mit dem wiedergewonnenen Aldehyd herzustellen. Der Acetaldehyd-Eingang aus der Aldehyd-Fabrik wird wie in Schkopau durch Ovalradmesser gemessen. Der Acetaldehyd wird in einen 56 cbm großen eisernen Tank im Zwischentanklager gepumpt. Von hier wird er in eine Verteilerleitung gedrückt, welche durch Iskania-Regler auf einem konstanten Vordruck von 4.5 atü gehalten wird. Es sind 2 Acetaldehydpumpen vorhanden, welche beide an Notstrom angeschlossen sind. Dr. Frank schlägt vor, aus Sicherheitsgründen 3 Pumpen vorzusehen, der Anschluß an Notstrom genügt als Sicherheit vollauf. Die Stromschalter für die Pumpen befinden sich unmittelbar an der Pumpe selbst. Von der Sammelleitung strömt der Acetaldehyd stichweise über Bedienungsventile, Meßdrossel (im Bedienungsaus) und Ovalradmesser den einzelnen Aldolisatoren zu.

Die Aldolisatoren bestehen in Hüls aus 2 Paketen zu je 3 Einheitskühlern, von welchen 2 · 6 Rohre gekühlt sind. Der Rauminhalt der ursprünglich 10 cbm großen alten Aldolisatoren wurde auf 17.8 cbm erhöht. Die neuen haben einen Rauminhalt von 20.36 cbm. Eine weitere Erhöhung des Inhaltes ist in Hüls nicht beabsichtigt. Die Kühlfläche von 720 qm pro Aldolisator wurde beibehalten. Die Acetaldehyd-Zuführung war auf der Druckseite der Umwälzpumpe ursprünglich in ein ungekühltes Rohr gelegt. Als mit einem Acetaldehyd-Eingang von über 6 t/h gefahren wurde, stellten sich hier Entmischungserscheinungen ein. Der Acetaldehyd sammelte sich oben im Rohr und wurde sehr heiß, während das Aldol unten im Rohr floss. Nachdem der Eingang weiter nach unten in ein gekühltes Rohr verlegt worden war (Aldol fließt von oben nach unten in beiden Kühlerpaketen), waren diese Schwierigkeiten behoben und der Durchsatz durch den Aldolisator konnte auf 10 t/h Acetaldehyd-Eingang erhöht werden. Die Umwälzung im Aldolisator erfolgt in Hüls neuerdings auch durch 2 Umwälzpumpen, welche an getrennte Stromkreise mit getrennter Umschaltung auf Notstrom geschaltet sind. Schwierigkeiten sind nicht mehr aufgetreten.

2) Kalilauge

In Hüls wird im Zwischentanklager in einem beheizten 20 cbm-Eisengefäß 50%ige Kalilauge gelagert. Von hier wird die Lauge in einer beheizten Leitung in das Einstellgefäß gedrückt, wo die erforderliche Konzentration (5.6 - 11.2 %) durch Zugabe von Kondenswasser eingestellt wird. Das Gefäß wird ebenso wie die Leitung für verdünnte KOH mit Butolwasser beheizt. Während auf das Einstellgefäß Heizschlangen aufgeschweißt sind, sind die Leitungen für verdünnte KOH mit Begleitleitungen versehen. Eine Doppelmantelrohrheizung wird nur für die Rohaldol-Aufwärmung benutzt. Das KOH-Einstellgefäß muss ständig unter Stickstoff stehen, damit in dieses kein CO₂ eindringen kann. Dieser Stickstoff darf nicht über den Allo-Regler, sondern muss in einer besonderen Leitung aus dem Fabriknetz entnommen werden.

46% KOH aufkonzentriert
bei - 33.5°
16.8% bei - 11.5°
8.4% " - 4.5°

10656/1

Die KOH-Zuführung zum Aldolisator ist auf den Saugkrümmer der Umwälzpumpe aufgeschweißt. Kurz vor Eintritt in den Aldolisator ist auch in HÜLS ein Hochdruckventil angebracht. Dahinter befindet sich das Rückschlagventil und, um es ausbauen zu können, ist es auf der anderen Seite durch ein weiteres Klingerventil abgeschlossen. Die Rückschlagklappe muss von Zeit zu Zeit gereinigt werden.

3) Kühlwasser

In HÜLS wird nach Möglichkeit mit einer Produkt-Temperatur von 20° im Aldolisator gefahren. Vorübergehend wurde aber schon die Temperatur auf 22° erhöht. Höhere Temperaturen sind dagegen nicht möglich, denn bei 25° wird die Menge der Nebenprodukte merklich, bei 30° Aldolisierungstemperatur fällt ein schlechtes Aldol an. Entsprechend wird unter Umständen mit einer Höchst-Kühlwasser-Eintrittstemperatur von 16 - 17° und einer Austrittstemperatur von 20° C gefahren. Im Winter werden in HÜLS die Kühlmäntel der beiden Aldolisatorhälften hintereinander, im Sommer parallel gefahren. In diesem Falle werden die beiden Hälften auch unterschiedlich gekühlt. Die Kühlwasserleitungen liegen in HÜLS unter dem Bedienungshaus, so daß die Kühlwasserschieber im Bedienungshaus bedient werden können.

Da auch HÜLS nicht über Brunnenwasser verfügt, muss das Kühlwasser im Sommer gekühlt werden. Es stehen hierfür 2 Kühlanlagen für flüssiges Ammoniak zur Verfügung, welche ursprünglich für 1.75 u. 2.6 Mio WE ausgelegt waren. Die Gesamtleistung dieser Anlagen wurde aber auf 4.8 Mio WE erhöht. Die effektive Leistung wird auf 6 Mio WE geschätzt. Bei Einsatz der Wasserkühlanlage wird das Kühlwasser im Betrieb beständig im Kreise gefahren. Eine Abgabe an andere Betriebe erfolgt nicht.

4) Essigsäuregefäß

Das Essigsäuregefäß - 30 l Inhalt - steht in HÜLS neuerdings im Keller unter dem Meßhaus. Da es hier auch im Winter ausreichend warm ist, kann auf eine Heizung für das Gefäß verzichtet werden. In das Gefäß wird 50%ige Essigsäure in einer dem jeweiligen Titer entsprechenden Menge eingefüllt und bei Bedarf mit Stickstoff in den Aldolisator gedrückt. Es wird soviel Essigsäure vorgelegt, daß nach der Neutralisation der Aldolisatorinhalt noch schwach alkalisch bleibt. Der Druckstickstoff darf nicht aus dem allgemeinen Fabriknetz, sondern muss aus einer Druckflasche entnommen werden, an welche zur Einstellung des richtigen Vordruckes ein Reduzierventil anzubringen ist (in HÜLS fiel die allgemeine Fabrikleitung für Stickstoff beim letzten Bombenangriff aus). Die Essigsäure wird an der Saugseite der Umwälzpumpe eingedrückt.

5) Spezifisches Gewicht im Aldolisator

Auch in HÜLS waren die Aldolisatoren mit Spezifometer ausgerüstet. Da diese aber viel zu träge arbeiten, wurden sie entfernt.

6) Anfahren des Aldolisators

Zum Anfahren des Aldolisators wird dieser zunächst mit Rohaldol gefüllt. Es wird soviel Rohaldol mittels Stickstoff eingedrückt, bis es in der Zentrifuge überläuft. Es stehen dann nicht nur der Aldolisator, sondern auch das Neutralisier- und das Kristallisiergefäß voll Rohaldol.

7) Katastrophengrube

In nächster Nähe der Aldolisierung verfügt Hülß über eine Katastrophengrube von 50 cbm Inhalt, in welche die Aldolisatoren über einen abgedeckten Kanal entleert werden können. Die Katastrophengrube enthält immer etwas Wasser, um das Aldol zu verdünnen (die Grube dient gleichzeitig als Abwassergrube und kann durch eine selbstansaugende Pumpe entleert werden). Hülß ist sich darüber vollkommen im klaren, daß ein Brand in der Grube nur dann wirksam mit Schaumlöschmitteln bekämpft werden kann, wenn das Verdünnungsverhältnis Wasser : Rohaldol 1:1 vorliegt. Die Grube reicht also bestenfalls zur Aufnahme der Füllung eines Aldolisators aus. Für Auschwitz wird deshalb eine erhebliche Vergrößerung der Katastrophengrube auf mindestens 100 cbm vorgeschlagen.

III. Neutralisation (Schleuderhaus)

Das Aldolisierungsgemisch strömt von der Druckseite der Umwälzpumpe zum Schleuderhaus und wird in einer mit Heizmantel versehenen Leitung gefördert. In dieser Leitung erfolgt die Aufwärmung auf 30° C mittels Butolwasser. Trotzdem diese Beheizung auch im letzten kalten Winter in Hülß keine größeren Schwierigkeiten bereitet hat, wird auch hier befürwortet, die Aufheizung in einem Wärmeaustauscher kurz vor dem Neutralisiergefäß vorzunehmen. Falls Auschwitz auf einen Wärmeaustauscher verzichtet, wird vorgeschlagen, einen möglichst weiten Heizmantel zu wählen und eine kräftige Umwälzpumpe für Butolwasser einzusetzen, damit auch bei strenger Kälte die Temperatur des Butolwassers nicht zu hoch gewählt werden muss.

1) Phosphorsäure

Das Vorratsgefäß für 50%ige Phosphorsäure ist in Hülß nicht beheizt, das Einstellgefäß wird mit aufgeschweißten Heizleitungen geheizt. Die Leitung zum Schleuderhaus ist wie die KOH-Leitung mit Begleitleitungen (Butolwasser) versehen. Die Zudosierung der Phosphorsäure erfolgt in Hülß mittels Nadelventilen anhand eines Rotamessers. Im Gegensatz zu Schkopau hat sich der Rotamesser in Hülß sehr gut bewährt. Es ist ein Messer mit magnetischer Übertragung auf den Zeiger. Da in der Phosphorsäure Schmutz enthalten ist, wird zweckmäßig vor den Messer ein kleines Sieb geschaltet. Mit dieser Anordnung fährt Hülß seit Jahren ohne Beanstandung.

2) Neutralisiergefäß

Zur Aufarbeitung des Rohaldols stehen in Hülß zur Verfügung pro Aldolisator: 2 Neutralisiergefäße, 2 Kristallisiergefäße, 2 Zentrifugen, 1 Auffanggefäß

Das Neutralisiergefäß ist wie in Schkopau ein mit Blattrührer versehenes 200 l - Gefäß aus V2A. Die Stickstoffbelüftung auf dem Neutralisiergefäß ist nach Hülßer Ansicht nicht notwendig und zu verwerfen, da die Leitungen häufig zukristallisieren. Die Entlüftung für den Überlauf in das Kristallisiergefäß reicht völlig aus. Der Überlauf wird durch eine Stosstange freigehalten. Auf diesem Überlauf ist ein Schauglas angebracht, welches zwar gewöhnlich zukristallisiert ist, aber doch für erforderlich gehalten wird.

3) Kristallisiergefäß

Als Größe für die Kristallisiergefäße wurden in Hülß 10 cbm-Gefäße aus V2A gewählt. Die Verweilzeit beträgt ca. 1 Stunde. Hülß ist mit dieser Größe sehr zufrieden. Für den neuen Ausbau muss Hülß sowohl für die Neutralisiergefäße als auch für die Kristallisiergefäße phenyitalisierte Eisenkessel einsetzen. Nach Angaben von Dr. Frank wird aber die Verwendung solcher Gefäße größte Schwierigkeiten bereiten. Während das Neutralisiergefäß

nach 8 - 14 Tagen völlig zukristallisiert ist, hat sich in dieser Zeit an den Wänden des Kristallisiergefäßes ein dicker Salzbelag gebildet. Die Bodenabläufe sind völlig zukristallisiert und müssen vor dem Reinigen der Gefäße zwecks Entleerung mit Stoßstangen von der Salzkruste befreit werden. Es ist wohl nicht zu vermeiden, daß hierbei die Phenyltalisierung beschädigt wird. Um das nach 8 - 14 tägigem Gebrauch der Gefäße notwendige Freistossen der Bodenabläufe zu verhindern, wird es sich wohl nicht vermeiden lassen, die Gefäße sehr häufig, etwa alle drei Tage, zu wechseln. Hüls wird zur Vermeidung von Schwierigkeiten deshalb versuchen, den Einsatz der phenyltalierten Gefäße auf ein Mindestmaß zu beschränken. Sie werden als Reserven betrachtet und sollen jeweils nur kurzfristig als Ausweichgefäße in Betrieb genommen werden für die Zeit, in welcher die V2A-Gefäße gereinigt werden müssen. Zur Reinigung der Gefäße wird Kondenswasser benutzt.

Die Entlüftungsleitung für das Kristallisiergefäß wird zweckmäßig in Aluminium verlegt, da es vorkommt, daß Aldol in der Leitung nachsteigt. Phenyltalierte Leitungen sind zwar auch zu verwenden, haben aber den Nachteil, daß sie unbrauchbar werden, sofern an den Leitungen geschweißt werden muss. Aus den Kristallisiergefäßen läuft das Rohaldol über Verdrängerventile aus Silumin in Aluminiumleitungen den Zentrifugen zu. Die Leitungen nach der Neutralisation müssen unbedingt aus Aluminium sein, Eisenleitungen sind peinlichst zu vermeiden.

4) Zentrifugenraum

Die ursprünglich offene Bauweise des Hülses Zentrifugenraumes hat sich sehr schlecht bewährt. Es wird deshalb für Auschwitz irgendetwas empfohlen, von der offenen Bauweise abzugehen. Hüls hat die offene Seite mit großen Schiebetüren versehen, welche im Winter geschlossen und im Sommer zur Verringerung der Geruchsbelästigung geöffnet werden.

5) Aufstellung der Zentrifuge

In Hüls ist der Zentrifugensockel noch nicht flüssigkeitsdicht verblendet. Aber auch hier wird es für unbedingt erforderlich gehalten, da die aus dem Aldol sich bildende Essigsäure den Beton zerstört. Hüls wird die Verblendung nach Schkopauer Vorbild demnächst nachholen.

6) Stopfbüchsenabsaugung

Die Packung der Zentrifugenstopfbüchsen in Hüls ist dreiteilig. Trotzdem tritt auch hier noch beständig Aldol aus, sodaß eine starke Geruchsbelästigung zu verzeichnen war. Auch Hüls ist deshalb zur Stopfbüchsenabsaugung übergegangen und arbeitet wie in Schkopau mit einem mit Aldehydwasser betriebenen Körting. Der Aldehydwasser-Behälter, ein 10 cbm großes, phenyltaliertes Eisengefäß ist im Hilfstanklager aufgestellt. Er ist mit Stickstoff über einen Allo-Regler belüftet und wird bei Zunahme der Aussentemperaturen ständig mit Wasser versetzt. Der Behälter reicht für Hüls nicht mehr aus. Es wird deshalb für Auschwitz zweckmäßig ein 20 cbm-Behälter gewählt. Das Aldehydwasser aus dem Behälter wird mit einer phenyltalierten eisernen Pumpe nach 3 Richtungen gedrückt:

- 1) zwecks Regenerierung zur Aldehydfabrik.
- 2) zum Waschturm.
- 3) zum Körting

Der Pumpendruck ist 5 atü. Der Körting ist auf dem Behälter befestigt. Er ist ebenso wie alle Leitungen für Aldehydwasser phenyltaliert, hat aber eine V2A-Düse, da eine phenyltalierte Düse sich als unbrauchbar erwiesen hat. Der Verbrauch der Körting-Düse an Aldehydwasser ist ca. 2 cbm/h. Die Stopfbüchsenabsaugung der Zentrifugen wird nur im Sommer gerahren.

7) Zentrifugen

In Hüls sind Gehäuse und Trommel der Zentrifuge phenyltalisieret. Das hat sich recht gut bewährt, eine Beanstandung ist bisher nicht aufgetreten. Beim Einbau der Trommeln muss aber mit größter Vorsicht verfahren werden, damit Beschädigungen an der Phenyltalisierung vermieden werden. Der Messerkasten der Zentrifuge dagegen ist aus V2A. Zur Schonung der Zentrifugentücher ist unter diese eine doppelte Juteunterlage gelegt. Auch das hat sich sehr gut bewährt, die Zentrifugentücher halten z.Zt. 1/2 Jahr.

Die Zentrifuge wird in Hüls mit Maschinenöl geschmiert. In den Ölzulauf ist ein Schauglas eingebaut, sodaß der Ölzulauf ständig beobachtet werden kann. In die Lagerschalen sind Fernthermometer eingesetzt. Die Schlitzbreite des Einlaufstutzens ist geändert worden und zwar ist die Breite nunmehr vorn 4 mm, hinten 10 mm. Es wird dadurch erreicht, daß möglichst viel Produkt nach hinten geschleudert wird. Bei gleicher Schlitzbreite ist der Einlaufstutzen beständig zukristallisiert. Die Entlüftungsleitungen der Zentrifuge sind auch hier zweckmäßig aus Aluminium, sofern nicht möglich aber auf alle Fälle aus phenyltalisieretem Eisen zu erstellen. In den Tiefpunkten der Entlüftungsleitungen sind Taschen angebracht, welche mit Ablassventilen ausgerüstet sind. Eine automatische Entleerung des Entlüftungskondensates ist in Hüls nicht eingebaut und wird abgelehnt. Das Kondensat der Entlüftungsleitung wird jede Stunde in Eimerentleert und weggeschüttet. Es ist vorgesehen, es in einem Behälter zu sammeln, von wo es in den Acetaldehydwassertank gepumpt werden soll. Da das Kondensat sauer ist, kann es nicht zum Rohaldol gegeben werden. Die Entlüftungsleitungen und die Leitung für Entlüftungskondensat müssen sämtlich phenyltalisieret, gut isoliert und mit Schleichdampfleitungen versehen sein. Die Stromzuführung zur Zentrifuge ist mit Alarm ausgerüstet. Die Alarmanzeige ist im Zentrifugenraum.

8) Trübungsmesser

Zur Prüfung des Zentrifugenablaufes auf Klarheit hat Hüls Trübungsmesser in die Ablaufleitung eingebaut, welche aber noch im Versuchsstadium waren (3 Tage Betriebsdauer). Es konnte bisher nur soviel gesagt werden, daß sie arbeiten. Erfahrungen liegen aber noch nicht vor. Die Anzeige der Trübungsmesser soll durch elektrische Fernübertragung im Bedienungshaus registriert werden.

9) Zwischengefäße

In Hüls steht für jeden Aldolisator ein Auffanggefäß aus Aluminium für geschleudertes Aldol (6cbm) zur Verfügung. Da ein Gefäß beständig ausser Betrieb gesetzt ist (Reinigung), wird praktisch mit nur einem Gefäß für 2 Aldolisatoren gearbeitet. Bei einer Höchstproduktion von 4 t/h Aldol 100%ig muss mit einem Anfall von fast 18 cbm Rohaldol aus 2 Aldolisatoren gerechnet werden. Da das Auffanggefäß nur zur Hälfte (3cbm) gefüllt ist, beträgt die Verweilzeit nur 10 Minuten. Die Größe der Gefäße reicht trotzdem aus. Die Probe zur Bestimmung des pH wird in Hüls nicht aus der Fall-Leitung am Auffanggefäß, sondern unmittelbar unter dem Ablauf an der Zentrifuge entnommen. Das Zwischengefäß ist mit GST-Standregler ausgerüstet. Dieser arbeitet gut. Das Rohaldol wird vom Zwischengefäß zu den Scheibler-Filtern gepumpt.

10658/1

10) Filtration

Nachkristallisationen werden in Hülls kaum beobachtet. Trotzdem wurde auf die Filtration nach dem Zwischengefäß nicht verzichtet, da immer etwas Salz beim Trüblaufen einer Zentrifuge in das Zwischengeräß gelangt. Die Filter sind möglichst hoch gestellt, um einen freien Ablauf zu erreichen. Nach Schkopauer Angaben ist ein Filter pro Aldolisator ausreichend, d.h. praktisch 1 in Betrieb befindliches Filter für je 1 in Betrieb befindliches Auffanggefäß oder für 2 Aldolisatoren. Da jeweils nur mit einem Auffanggefäß gearbeitet wird, steht auch immer ein Filter in Reserve. Die 2 µm - Scheibler-Filter haben ein phenyltalisieretes Gehäuse und Rahmen aus 2A.

11) Nachstellgefäß

Das filtrierte Rohaldol läuft in freiem Fall in das Nachstellgefäß, ein ca. 20 cbm großes Aluminiumgefäß, in welchem das pH mit alkalischem Aldol von 5.9 - 6.0 auf 6.1 - 6.3 nachgestellt wird. Das alkalische Aldol wird auf der Druckseite der Umwälzpumpe (Druck ca. 3 atü) aus dem Aldolisator entnommen. Der Verbrauch ist ca. 50 - 150 l/h auf 18 000 l/h Rohaldol. Entsprechend genügt eine Leitung von 20 mm lichter Weite. Die Messung des zugefahrenen alkalischen Aldols erfolgt durch einen Rota-Messer mit magnetischer Übertragung. Es ist nicht notwendig, diese Anzeige ins Messhaus vorzuziehen.

IV. Tanklager

Vom Einstellgefäß wird das Rohaldol mittels Silumin-Pumpen in das Zwischen-Tanklager gepumpt und hier in einem 100 cbm - Aluminiumtank gelagert. Der Tank ist mit einer Heizschlange versehen, welche aber nicht an die Dampfleitung angeschlossen ist (bei den in Hülls herrschenden Temperaturen braucht Rohaldol nicht beheizt zu werden). Als Reserve gemeinsam für Rein- und Rohaldol stehen ein zweiter Tank gleicher Größe zur Verfügung. Auf den Tanks ist eine Sommerberieselung und eine Feuerlöschleitung angebracht, welche auf der Strasse bedient wird. Die Tanks sind mit Stickstoff belüftet. Auch diese Belüftungsleitung wird zweckmäßig aus Aluminium, sofern nicht möglich unbedingt aus phenyltalisierem Eisen gewählt. In Hülls ist diese Entlüftungsleitung zum Waschturm geführt, um Acetaldehyd-Verluste zu vermeiden. Auch diese Entlüftungsleitung muss mit Schleichdampfleitungen versehen sein und reichlich weit dimensioniert werden (mindestens 100).

V. Rohaldol-Analyse

Umsatz:	46.6 %	2.37% Acetaldehyd
Titer :	0.26	1.59% Crotonaldehyd
Phosphorsäurekonz.:	17.2	6.70% Aldol - Rückstand
		1.4% Wasser

VI. Bedienungshaus

In Hülls sind am Bedienungsstand der Aldolisation folgende Messinstrumente und Ventile angebracht:

- 1) Registrierender Dichteschreiber für Aldol - nicht erforderlich
- 2) Registrierender Trübungsmesser - über die Notwendigkeit kann noch nicht entschieden werden
- 3) Rota-Messer für Phosphorsäure zum Neutralisiergerät - Phosphorsäure-Bedienungsventil
- 4) Registrierender Mengemesser für KOH zum Aldolisator - nicht erforderlich
- 5) Quecksilber-Manometer für Meßscheibe KOH-Eingang in Aldolisator - Kalilauge-Bedienungsventil
- 6) Manometer für Kalilauge-Druck in der Zuleitung zum Aldolisator - Nadelventil zum Einstellen des Druckes in der Zugangsleitung (Vordruck 5 atü, gemessener Druck 2.7 atü)
- 7) Registrierender Mengemesser für Umwälzmenge im Aldolisator (Eckart-Mengenschreiber mit Fernübertragung)
- 8) Zeigermanometer für Acetaldehyd-Druck
- 9) Registrierender Mengemesser für eingefahrenes Aldehyd (Eckart-Mengenschreiber) - Acetaldehyd-Bedienungsventil
- 10) 6-Farbenschreiber für folgende Temperaturen:
 - a) Aldolisator rechts Mitte
 - b) Aldolisator Saugseite
 - c) Kühlwasser-Eingang links
 - d) Kühlwasser-Eingang rechts
 - e) Kristallisiergefäß I
 - f) Kristallisiergefäß II
- 11) 25 Temperaturen-Wahlkontakt mit Anzeigergerät
- 12) Quecksilber-Manometer für Meßscheibe Kühlwasser-Eingang Aldolisator links - Kühlwasser-Bedienungsventil links
- 13) Quecksilber-Manometer für Meßscheibe Kühlwasser-Eingang Aldolisator rechts - Kühlwasser-Bedienungsventil rechts
- 14) Quecksilber-Manometer für Meßscheibe Warmwasser für Rohaldol-Aufwärmung - Warmwasser-Bedienungsventil

B. Rein-Aldol

I. Allgemeines

Auch in der Destillation unterscheiden sich Schkopau und Hüls sowohl in der Fahrweise als auch in der Leistung der Kolonne. Schkopau geht mit einem Rohaldol vom pH 5.9 - 6.0 in die Destillation und erreicht mit einer Heizfläche des Dinkels von 50 qm eine Leistung von 6.5 t/h Aldol 100%ig = ~~90~~ 000 Jato Buna S (1.30 t/h Aldol 100%ig = 6 000 Jato B.S pro 10 qm Heizfl.). Hüls fährt mit einem pH von 6.1 - 6.2 und erreicht neuerdings mit 2 Dinkels à 30 qm eine Leistung von 9 t/h Aldol 100%ig = ~~49~~ 000 Jato Buna S (1.48 t/h Aldol 100%ig = 7 000 Jato B.S pro 10 qm Heizfläche). Bei gleicher Heizfläche ist die Leistung der Kolonne in Hüls also um ca. 15% größer als in Schkopau. Dr. Frank führt dies darauf zurück, daß bei dem angewandten höheren pH die Spaltung der Doppelverbindung Aldol-Acetaldehyd erleichtert wird und daß deshalb der Acetaldehyd leichter abzutreiben ist. Dr. Berger

Für den Leistung von Aldol (100%), liegt zwischen 2500 - 3000 kcal/h im 2000 Jato B.S

10659/11

vermutet, daß bei höherem pH eine Rückspaltung des Aldols in Acetaldehyd nicht in dem Maße auftritt wie bei kleinerem pH. Dr. Frank glaubt, daß eine Rückspaltung des Aldols überhaupt nicht eintritt. Diese Frage ist noch ungeklärt. Meines Erachtens ist die unterschiedliche Leistung der beiden Kolonnen anders zu begründen.

Hüls stehen nur Dinkels von 30 qm Heizfläche zur Verfügung. Um einen größeren Durchsatz durch die Kolonne durch Vergrößerung der Heizfläche zu erreichen, wurden in Hüls verschiedene Versuche gefahren. Zunächst wurden 2 4-Kammerverdampfer hintereinander geschaltet. Diese Anordnung gab aber ein schlechtes Reinaldol, auch konnte der erwartete Durchsatz nicht erreicht werden. Hüls entfernte nunmehr aus einem 30 qm-Dinkels 2 Trennwände und fuhr zunächst mit diesem 2-Stufendinkels à 30 qm. Es wurde festgestellt, daß die Leistung dieses Verdampfers nicht schlechter ist als die Leistung des 4-Stufen-Verdampfers mit gleicher Heizfläche, nämlich 3.8 t/h Aldol 100%ig. Es wurden nunmehr 2 Dinkels mit je 4 Kammern parallel geschaltet. Es wurde festgestellt, daß die Leistung sich genau verdoppelte auf 7.6 t/h Aldol 100%ig. Diese Leistung ($1.27 \text{ t/h Aldol } 100\%ig = 5'900 \text{ Jato B.S. pro } 10 \text{ qm Heizfläche}$) entspricht vollkommen der Leistung der Schkopauer Kolonne bei gleicher Heizfläche. Das erhaltene Aldol war in beiden Fällen einwandfrei. Die beiden Versuche haben also einmal gezeigt, daß für die Destillation unter Umständen ein 2-Stufen-Verdampfer ausreicht und zum andern, daß im 4-Stufen-Verdampfer bei Parallelschaltung die Leistung sich additiv mit der Heizfläche ändert. Bis zu diesem Zeitpunkt kann von einer unterschiedlichen Leistung der Hüls und Schkopauer Destillation nicht gesprochen werden. Im besonderen kann ein Einfluss des pH auf den Durchsatz nicht festgestellt werden. Die parallele Fahrweise von 2 Dinkels hat aber den Nachteil, daß die den einzelnen Dinkels zuströmenden Aldolmengen durch Rota-Hähne aufeinander abgestimmt werden müssen, was einige Schwierigkeiten bereitet. Der entscheidende Fortschritt in Hüls wurde erzielt, als Hüls nunmehr 2 30 qm - Dinkels mit je 2 Kammern hintereinander schaltete, an sich also auch wie im Parallelversuch einen 4-Stufenverdampfer auf doppelte Heizfläche vergrößerte. Überraschenderweise konnte mit dieser Anordnung die Leistung der Kolonne um 15% auf den oben angegebenen Wert gesteigert werden. Die Erklärung für diese Leistungssteigerung ist einfach darin zu suchen, daß bei dieser Schaltung die Möglichkeit bestand, dem ersten Dinkels eine wesentlich größere Dampfmenge zuzuführen und damit die Verdampfung des Acetaldehyds im ersten Dinkels erheblich zu beschleunigen, ohne daß eine aldolschädigende Temperatur im Produkt erreicht wurde (Aufwärmung von 75 auf 85° bei 1.4 atü Dampfdruck). Gleichzeitig wurde die Verweilzeit abgekürzt. Im ersten Dinkels ist die Zufuhr großer Dampfmengen erforderlich, um die Verdampfungswärme des Acetaldehyds bei der kurzen Verweilzeit aufzubringen. Im zweiten Dinkels ist der Dampfverbrauch geringer. Hier kann der für die gewünschte Endtemperatur erforderliche Dampfdruck ohne Schwierigkeiten gehalten werden, sodaß hier Überhitzungen vermieden werden (Aufwärmung von 85 auf 105° bei ca. 1.5 atü Dampfdruck) Dr. Frank schätzt den Dampfverbrauch im ersten Dinkels auf das Doppelte des Dampfverbrauches im zweiten Dinkels. Im 1-Körper-Verdampfer muss, um die gleiche Leistung zu erzielen mit erheblichen Dampfdrücken entsprechend dem Verbrauch in der ersten Kammer gearbeitet werden, was zu einer Schädigung des Produktes infolge Überhitzung in den letzten Kammern führen würde. Also erst die Aufteilung eines Dinkels in einen 2-Körper-Verdampfer, welcher mit verschied. Dampfdrücken gefahren werden kann, hat die Leistungssteigerung gebracht. Bei einer Neukonstruktion der Verdampfer ist also zur Erreichung großer Leistungen anzustreben, eine Möglichkeit zu schaffen, um die einzelnen Stufen des Dinkels mit verschiedenen Dampfmengen zu beaufschlagen, wobei im besonderen zu berücksichtigen ist, daß die Temperatur in der letzten Stufe möglichst tief gehalten wird. Nach Angaben von Dr. Frank wechselt die Endtemperatur, welche eingehalten werden muss, um auf gleichen Acetaldehydgehalt im Reinaldol zu destillieren, mit dem pH. Dies wäre ein Hinweis darauf, daß die Stabilität der Doppelverbindung Aldol-Acetaldehyd tatsächlich mit dem pH wechselt. Zur Erhärtung dieser Anschauung sollten aber noch weitere Versuche gefahren werden.

Für Auschwitz ist nunmehr die Frage zu beantworten, welche Heizkörper gewählt werden sollen. Da nach der Hülser Fahrweise mit 2 hintereinander geschalteten Heizkörpern eine Heizfläche von 50 qm für 35 000 Jato B.S bereits ausreicht, wäre die Bestellung von 2 Heizkörpern à 25 qm erwünscht. Mit einem einzigen Heizkörper à 50 qm wird dagegen nur die Schkopauer Leistung von 25 000 Jato B.S erreicht. Die Bestellung von 25 qm-Heizkörpern erscheint auch aus einem anderen Grund erforderlich. Ein Heizkörper muss nach Möglichkeit stets voll belastet sein, um die Verweilzeit weitgehend abzukürzen und damit die Bildung von Nebenprodukten zu vermindern. Im Anfahrstadium werden sich für Auschwitz Schwierigkeiten ergeben, wenn nur 1 50 qm - Heizkörper zur Verfügung steht, da zu Anfang unmöglich Rohaldol für 30 000 Jato B.S anfallen kann. Mit einem 25 qm - Heizkörper könnte zu Anfang so gefahren werden, daß nur 15 000 Jato produziert werden. Das Ausgangsmaterial hierfür dürfte zum mindesten für eine kurze Fahrperiode zur Verfügung stehen. Es wird deshalb vorgeschlagen, eine Kolonne mit 2 25 qm-Dinkels und 2. Kolonnen mit einem 50 qm - Dinkels auszurüsten. Ein weiterer 50 qm - Heizkörper sollte aus Luftschutzgründen in Reserve gelegt werden. Bei dieser Anordnung könnte mit einem 25 qm - Dinkels mit 4 Kammern angefahren und durch Hinzunahme des zweiten 25 qm - Dinkels nach Umbau der Heizkörper auf 2 Kammern die Normalproduktion erreicht werden, welche auch in der zweiten Kolonne mit dem 50 qm - Heizkörper mit 4 Kammern nahezu geschafft werden könnte. Bei Erhöhung der Produktion könnten beide Kolonnen mit je einem 50 qm und einem 25 qm - Dinkels mit je 2 Kammern ausgerüstet werden, wobei der 25 qm - Dinkels an die zweite Stelle zu setzen wäre. Es wird erwartet, daß dadurch die Leistung der Kolonne nicht nur auf 45 000 Jato erhöht wird, sondern daß sich noch ein besonderer Effekt ergibt, da die Verweilzeit des ausdestillierten Aldols im zweiten Dinkels wahrscheinlich nicht größer sein wird als die Verweilzeit des Rohaldols im ersten Dinkels. Vielleicht wird sich auch eine weitere Erhöhung der Leistung einstellen. Zum mindesten wird sich wohl eine weitere Unterdrückung von Nebenprodukten erreichen lassen. Sowohl Schkopau als auch Hüls heissen diese Absichten gut und warnen ausdrücklich davor, mit zu großen Heizkörpern anzufahren.

Da sowohl Schkopau als auch Hüls festgestellt hat, daß durch den Einspritzdampf infolge örtlicher Überhitzung Crotonaldehyd-Bildung auftritt, verzichten neuerdings beide auf das Einspritzen von Dampf in den Kolonnensumpf. Schkopau ist weiterhin davon abgegangen, dem Rohaldol vor der Destillation Wasser zuzumischen. Hüls hat ebenfalls Versuche in dieser Richtung gefahren. Da hier das anfallende Reinaldol dadurch aber schlechter wurde, wurde zur Wasserbeimischung zurückgekehrt. Es ist zu berücksichtigen, daß Hüls im Rohaldol bei einem Wassergehalt von nur 0.8 - 1.0 % liegt gegenüber Schkopau mit mindestens 1.4%. Es erscheint nicht ausgeschlossen, daß ein bereits geringer Wasserzusatz zum Rohaldol in Hüls ausreicht, um ein einwandfreies Aldol zu destillieren und daß die derzeitige Beimischung von 8% des eingefahrenen Rohaldols an Wasser reichlich bemessen und in dieser Menge nicht erforderlich ist. Dr. Frank will die Frage untersuchen. Eine eindeutige Erklärung für den Einfluss des zugesetzten Wassers bei der Destillation konnte nicht gegeben werden. Bei Zugabe von Wasser zum Rohaldol verschiebt sich das pH nach höheren Werten. Die Erklärung, daß durch diese Verschiebung des pH die Dissoziation der angenommenen Doppelverbindung Aldol-Acetaldehyd erhöht wird, ist wenig wahrscheinlich.

II. Destillation

1) Bemerkungen zur Destillationskolonne

Vor Eingang in die Kolonne wird das Rohaldol auch in Hüls durch ein Scheibler-Filter filtriert. Die Filter stehen im Pumpenhaus der Destillation. Auf eine weitere Filtration des destillierten Aldols wird aber in Hüls ver-

10660/1

zichtet. Das Scheibler-Filter muss mit Stickstoff leer gedrückt werden, um Sauerstoff in der Kolonne peinlichst auszuschalten. Vor der Destillation wird in Hülls ~~im~~ Rohaldol 8.4 % der eingefahrenen Menge an Wasser zugesetzt. Das zugeführte Wasser wird mittels Ovalradzähler gemessen. Der Mischer besteht aus einer einfachen Rohrerweiterung, in welcher das Wasser ohne Verwendung einer Düse gegen den Aldolstrom eingespritzt wird. Die Destillationskolonne ist auch in Hülls vollständig aus Aluminium erstellt. Eisen wird im Destillationsteil peinlichst vermieden. Die Zuführung des Einspritzdampfes in den Kolonnensumpf, worauf neuerdings verzichtet wird, erfolgte durch einen einfachen Ring mit mehreren Bohrungen. Der Dampf für die Dinkels wird durch je einen Askania-Regler für je eine Kolonne auf konstanten Vordruck geregelt. Sofern 2 Dinkels an einer Kolonne mit verschiedenen Dampfdrücken gefahren werden, erfolgt die Einstellung des Druckes mit Ventilen. Der normale Betriebsdruck für die Dinkels ist 1.4 atü. Der zur Verfügung stehende geregelte Dampfdruck muss aber 2.0 atü sein, d.h. der vom Kraftwerk gelieferte Dampfdruck in der Leitung muss mindestens 2.5 atü betragen.

Der Sumpfaustrag der Kolonne erfolgt in Hülls durch 2 Siphons von 100 Durchmesser welche seitlich vom Sumpf abgehen. An beide Siphons ist noch eine dünne Entleerungsleitung aus der Mitte des Kolonnensumpfes angeschlossen. Der Doppelsiphon führt mit je einer Leitung auf einen Stutzen eines Dinkels. Bei Hintereinanderschaltung stehen für eine Kammer 2 Anschlüsse zur Verfügung, da 2 Kammern auf eine Kammer reduziert wurden. Um Stauungen zu vermeiden, darf die kleinste Weite der Siphons nicht kleiner sein als 100. Beide Siphons sind mit je einer Leitung in den Kolonnensumpf entlüftet. Auch diese Entlüftungsleitungen müssen reichlich dimensioniert sein - mindestens 100 -, weil sonst Schwierigkeiten im Sumpfaustrag auftreten.

Auch in Hülls stellten sich bisweilen wie in Schkopau Hebererscheinungen am Ginabat-Kondensator ein. Eine eindeutige Erklärung hierfür konnte nicht gefunden werden. Die Erscheinungen wurden aber dadurch behoben, daß der Schlitz am Inertgas-Dom des Kondensators aufgebohrt wurde auf 30 · 100 mm. Dr. Frank schlägt vor, den Schlitz für die Kondensatoren für Auschwitz auf 50 · 100 mm aufbohren zu lassen. Diese Schlitzbreite wird bei voller Last genügen. Es ist erwünscht, daß für die Destillation kaltes Wasser zur Verfügung steht, damit die Kolonne drucklos gefahren werden kann. In Hülls wird das pH des Reinaldols nicht nachgestellt. Das Einstellgefäß neben dem Ginabat-Kondensator ist deshalb überflüssig. Ebenso könnte auch die Vorlage für Reinaldol fortfallen. Sie wird aber als Stapelraum empfohlen. Auf laufende Spindelung des Reinaldols wird in Hülls verzichtet, da die Leitung häufig zukristallisiert (Paraldehyd?).

2) Anfahren der Kolonne

Zum Anfahren einer Kolonne wird sie zunächst mit Stickstoff gefüllt. Hierauf wird der Ginabat mit Wasser gefahren und die Kolonnenentspannung über Dach geöffnet (Grob- und Fein-Entspannungsventil im Bedienungshaus). Hierauf wird mit dem Zulauf von Rohaldol begonnen. Sobald das Rohaldol im Siphon überläuft (Schauglas), wird mit dem Anheizen des Dinkels begonnen. Die Kolonne bekommt sehr plötzlich Überdruck, deshalb ist es notwendig, die Entlüftung über Dach vor Anheizen des Dinkels zu öffnen. Wenn der in der Kolonne befindliche Stickstoff abgeblasen ist, fällt der Druck in der Kolonne ebenfalls plötzlich ab. Deshalb muss der Druckverlauf in der Kolonne beim Anheizen sehr sorgfältig beobachtet werden und bei Abfallen des Druckes die Kolonnenentspannung sofort geschlossen werden, damit keine Fremdgase angesaugt werden. Unter Umständen muss der Dampf zum Dinkels vorübergehend gedrosselt werden. Es ist in Hülls vorgesehen, die Kolonnenentspannung über die Waschkolonnen zu fahren. Beim Abstellen der

Kolonne muss sie mit Stickstoff gefüllt werden. da sie sonst beim Abkühlen Vakuum bekommt.

Für den Destillationsbetrieb ist die Bestellung einer Waage notwendig.

3) Reinaldol-Analyse

4,43	%	Acetaldehyd
1,21	%	Crotonaldehyd
74,04	%	Aldol
2,02	%	Rückstand
<u>18,30</u>	%	Wasser
100	%	

4) Waschturm

Sämtliche Entlüftungen der Aldol-Kolonne und ihrer Nebenapparate sind in einer Sammelleitung zusammengefasst, welche über einen Waschturm und eine Glugger-Flasche ins Freie entlüftet ist. Der Zugang zum Waschturm wird nicht gemessen. In dem Waschturm soll der in den Abgasen enthaltene Acetaldehyd zurückgehalten werden. Der Waschturm ist eine stehende mit Steingut-Raschigringen gefüllte eiserne Röhre von 350 mm Durchmesser. Die Entlüftungsleitung ist unten eingeführt. Auf den Kopf wird in normalem Betrieb Kondenswasser gegeben in einer solchen Menge, daß ein Aldehydwasser von 7% erhalten wird. Die Einstellung der zugefahrenen Wassermenge erfolgt nach dem Temperaturverlauf im Turm. Der Sumpf ist immer etwas warm. Wenn zu wenig Wasser auf den Turm gegeben wird, verschiebt sich die Wärmezone nach oben. Wenn der mit der Abluft anfallende Acetaldehyd nicht ausreicht, um die Konzentration von 7% einzustellen, wird der Turm mit Aldehydwasser beschickt. In die Zugangsleitung für Aldehydwasser ist eine Meßdrossel aus V2A eingebaut. Der Waschturm ist mit Sicherheitstauchung versehen. Die Entlüftung der Kolonne erfolgt über einen Blubber-Topf ins Freie. Hinter den Hauptwaschturm ist in Hülse ein 2. Waschturm gestellt. Durch Umfahren des Blubbertopfes kann dieser dem Hauptwaschturm nachgeschaltet werden, wenn dieser zum Auswaschen des Acetaldehyds aus den Abgasen nicht ausreicht. Der 2. Turm soll mit Kondenswasser beschickt werden. Der Anfall an wiedergewonnenem Acetaldehyd ist ca. 1 Tonne im Sommer etwas mehr.

5) Kondenswasser

Kondenswasser wird benötigt:

- 1) Zum Einstellen von Kalilauge und Phosphorsäure
- 2) Zum Spülen der Zentrifuge
- 3) Als Zusatz zum Rohaldol vor der Destillation

Das Kondenswasser wird im Hilfstanklager in einem Aluminium-Behälter von 10 cbm gesammelt. Die Größe des Behälters reicht für Hülse nicht mehr aus. Es wird deshalb für Auschwitz ein größerer Tank empfohlen. Ein phenyltalisierter Eisentank für Kondenswasser ist unbrauchbar, da die Phenyltalisierung angegriffen wird. Das Kondensat wird mittels Silumin-Pumpen über einen Schlangenkühler, wo eine Abkühlung auf 50 bis 60 ° erfolgt, in eine Ringleitung gepumpt. Das Kondenswasser wird beständig über diesen Kühler und den Tank umgewälzt. Aus der Ringleitung wird das Kondenswasser an den Verbrauchsstellen entnommen.

6) Pumpen und Ventile

Im Aldol-Teil werden grundsätzlich Silumin-Pumpen empfohlen. Für Ventile, welche sehr gut schließen müssen, werden Klinger-Ventile vorge schlagen ohne Rücksicht darauf, ob heiße oder kalte Flüssigkeiten die Ventile passieren (die in Berührung mit Flüssigkeit stehende Ventil-

10661/1

fläche ist sehr klein). Als Ventilkegel werden Siluminkegel (aber von Klinger) empfohlen. An solchen Stellen, wo keine große Flüssigkeitsbewegung vorliegt, können zur Not auch Klingerventile aus Gubeisen eingesetzt werden

7) Tanklager

Das Reinaldol wird im Hilfstanklager in einem 100 cbm großen, beheizten Aluminium-tank gelagert. Als Reserve gemeinsam für Roh- und Reinaldol steht ein zweiter Tank in gleicher Größe zur Verfügung. Auch diese Behälter sind mit einer Sommerberieselung und einer Feuerlöschleitung versehen. In Hilfstanklager in Hüls sind folgende Behälter aufgestellt:

- 1) 1 Behälter für Acetaldehyd - 56 cbm - Eisen - nicht beheizt
- 2) 3 Behälter für Roh- und Reinaldol - 100 cbm - Aluminium - beheizt
- 3) 1 Behälter für Aldehydwasser - 10 cbm - Eisen benyitalisiert - beheizt
- 4) 1 Behälter für Kondenswasser - 10 cbm - Aluminium - nicht beheizt
- 5) 1 Behälter für Kalilauge 50%ig - 20 cbm - Eisen - beheizt
- 6) 1 Behälter für Phosphorsäure - 20 cbm - nicht beheizt

8) Feuerlöschleitung

Es wurde schon erwähnt, daß die Tanks in Hüls, in welchen brennbare Flüssigkeiten lagern (Acetaldehyd, Rohaldol, Reinaldol), mit einer auf den Tank verlegten Feuerlöschleitung versehen sind, welche durch Ventile auf der Strasse betätigt wird. Im Betrieb selbst sind lediglich eine normale 70er Feuerlöschringleitung, mehrere fahrbare CO₂-Feuerlöscher, mehrere Handfeuerlöscher und Branddecken vorhanden.

9) Betriebskontrolle

An der Bedienungstafel jeder Kolonne sind folgende Messinstrumente und Ventile angebracht:

- 1) Registrierender pH-Messer für Eingangs-pH in die Destillation - ist noch nicht in Betrieb
- 2) Durchflußanzeiger für Kühlwasser Kondensator I - Bedienungsventil Kühlwasser Kondensator I
- 3) Temperatur-Anzeige Kühlwasser-Abgang Kondensator I
- 4) Durchflußanzeiger für Kühlwasser Kondensator II - Bedienungsventil Kühlwasser Kondensator II
- 5) Temperatur-Anzeige Kühlwasser-Abgang Kondensator II
- 6) Durchflußanzeiger für Kühlwasser Rieselkühler I - Bedienungsventil Kühlwasser Rieselkühler I
- 7) Durchflußanzeiger für Kühlwasser Rieselkühler II - Bedienungsventil Kühlwasser Rieselkühler II
- 8) Hg-Manometer für Differenzdruck Kolonne
- 9) Registrierender Mengen-Messer für Rohaldol-Eingang in die Kolonne - Bedienungsventil für Rohaldol-Eingang (der Zugang wird ausserdem durch einen Ovalradzähler gemessen)

- 10) Durchflußanzeiger für Rohaldol-Eingang - nicht notwendig.
- 11) Hg-Manometer für Meßscheibe Zusatzwasser zum Rohaldol wird ausserdem durch Ovalradzähler gemessen)
- 12) Durchflußanzeiger für Rücklauf zur Kolonne (Zekart-Messer mit Fernübertragung) - Bedienungsventil für Rücklauf
- 13) Alarm-Manometer für Differenzdruck Kolonne
- 14) 3 Ventile
 - a) Kolonnenentspannung grob
 - b) Kolonnenentspannung fein
 - c) Zugang Frisch-N₂
- 15) Registrierendes Manometer für Druck im Kolonnenkopf
- 16) 6-Farbenschreiber für verschiedene Temperaturen
- 17) 25-Temperaturen-Wahlkontakt mit Anzeigergerät

C. Belegschaft

- 1 Betriebsführer
- 1 Betriebsassistent
- 1 Betriebsmeister
- 1 Zweitmeister
- 1 Betriebsschreiber
- 2 Tagesarbeiter
- 2 Laboranten
- 4 Laborjungens
- 1 Putzfrau

Schichtarbeiter (pro Schicht)

- 1 Schichtmeister
- 1 Postenmann für Aldolisierung und Schleuderhaus
- 1 Postenmann für Destillation
- 4 Aldolisatorfahrer
- 1 Probenzieher und pH-Fahrer
- 3 Schleuderfahrer
- 3 Kolonnenfahrer
- 2 Pumpenwärter

D. Soziale Räume und Nebenräume

In Hülls ist es versäumt worden, ausreichend für soziale Räume vorzusorgen. Es wurden deshalb provisorisch in Hülls eingerichtet: ein Aufenthaltsraum im Meßhaus und ein Aufenthaltsraum im Schleuderhaus.

Für Az sind für den Endausbau folgende Räume vorzusehen:

- 1) 1 Aufenthaltsraum für 30 Personen
- 2) 1 Toilette
- 3) nach Möglichkeit ein Bad oder ein Waschraum mit Duschen, da Verätzungen durch Aldol sehr unangenehm werden können.

10662/1

- 4) 1 Zimmer für den Betriebsführer
- 5) 1 Meisterzimmer
- 6) 1 Zimmer für den Schichtmeister
- 7) 1 Zimmer für den Betriebsschreiber
- 8) Für den Endausbau ist unbedingt ein Betriebslabor vorzusehen (sowohl in Hülse als auch in Schkopau wurde das Fehlen der Betriebslabors in fast sämtlichen Betrieben als sehr unangenehm empfunden)
- 9) Es ist ein Feld für die technische Abteilung freizuhalten.

Betriebsbeispiel

A. Rohaldol

Titer: 0.31

Produkt	Konz. Gew. %	l/h	spez. Gew.	kg/h	Bilanz
Eingänge pro Aldolisator:					
<u>Acetaldehyd t.q.</u>	100	10 000	0.784	7 840.-	7 840
KOH (100%) 124 Mole/h				1.95	
<u>Wasser</u>				1.40	
Kalilauge t.q.	11.2	12	1.102	12.35	12.35
H ₃ PO ₄ (100%) 95 Mole/h				1.30	
<u>Wasser</u>				1.50	
Phosphorsäure t.q.	17.2	14	1.090	15.26	15.26
Eingang g e s a m t :					267.15 -----
Ausgänge pro Aldolisator:					
Acetaldehyd (100%)	52.87			41.47	
Crotonaldehyd	0.39			0.31	
Aldol + Rückstand	45.70			35.76	
<u>Wasser</u>	1.04			0.81	
Rohaldol t.q.	100.00	3 040	0.985	2 994.-	2 920.-
Phosphat (100%)				1	
<u>Wasser</u>				1	
Zentrifugenaustrag + Verl.				1	1
Ausgänge g e s a m t :					267 -----

Wassergehalt nach Neutralisation berechnet: 0.45%

Kühlwasserverbrauch Aldolisator: 305 m³/h

Temperaturen: Acetaldehydeingang: 10
 Aldolisator Mitte: 20
 Aldolisator Ausgang: 20.5
 Kühlwasser für Aldolisator Eingang: 15
 Kühlwasser für Aldolisator Ausgang: 19
 Heisswasser für Aufwärmung Eingang: 65
 Neutralisiergefäß: 20
 Kristallisiergefäß: 20

Druck: Acetaldehydsammelleitung: 1.5 atü
 Acetaldehydeingang - Aldolisator: 1.0 atü
 Umwälzpumpe Aldolisator S.S.: 1 - 1.5 atü
 Umwälzpumpe Aldolisator D.S.: 1.3 - 2.0 atü
 Förderpumpe zum Scheiblerfilter D.S.: 4.5 atü
 vor dem Filter: 1.0 atü

Druckdifferenz im Scheibler-Filter: maximal 1.0 atü zugelassen 10664

B. Reinaldol

pH: 6.1-6.2

Produkt	Kons. Gew. %	l/h	Spez. Gew.	kg/h	Bilanz kg/h
Eingänge pro Kolonne:					
Acetaldehyd	52.87			380	
Crotonaldehyd	0.39			3	
Aldol + Rückstand	45.70			105	
Wasser	1.04			35	
Rohaldol t.q.	100.00	18 000	0.985	17 740	17 740
Zusatzwasser (8% v. einges. Aldol)					140
Kolonneneingang					180
Ausgänge aus Kolonne:					
a) Destillat		1 400	0.781	3 900	3 900
Acetaldehyd					2 280
b) Sumpfaustragt.q.					180
Kolonnenausgang				30	30
Wasserzusatz (Mischgef)				30	
Acetaldehyd (100%)	1.50			30	
Crotonaldehyd	1.54			34	
Aldol + Rückstand	75.52			111	
Wasser	18.44			355	
Reinaldol t.q. (53.6 % des eingesetzten Rohaldols)	100.00	3 650	1.100	10 610	10 610

Rücklauf (15% vom eingefahrenen Rohaldol): 2 700 l/h $\gamma = 0.22 - 0.25$

Eingang Kühlwasser für Kondensator I und II: 426 m³/h
 " " " Rieselkühler I und II: 40 m³/h

Temperaturen: Eingang Rohaldol: 25°C / 22.5°C
 Kolonnenkopf: 23°C / 22°C
 Kolonnensumpf: 25°C / 28°C
 30 qm -Dinkels I: Übergang: 20°C / 35°C
 " " Produktabg.: 25°C / 30°C
 " " II: Übergang: 10°C / 103°C
 " " Produktabg.: 20°C / 28°C
 Kühlwasser Kondensator I Eingang: 5°C
 " " Ausgang: 20°C
 " Rieselkühler Eingang: 5°C
 " " Ausgang: 18°C
 Acetaldehydübergang: 20°C / 29°C
 Reinaldolabgang: 20°C / 29°C

Druck: vor dem Scheiblerfilter: 1.2 atü
 nach dem Scheiblerfilter: 1.0 atü
 Zusatzwasserleitung: 1.3 atü
 Kolonnenkopf: 0 mm Hg

x) Im Dampf gemessen

665

Druck:	Kolonnensumpf:	76 mm Hg
	Acetaldehydvorlage:	10 - 10 mm Hg
	Acetaldehydförderpumpe:	1.0 atü
	Rücklaufförderpumpe:	1.0 atü
	Wasserpumpe 3. Rieselkühler:	1.0 - 1.0 atü
Dampfdr.	Dinkels I:	1.0 atü
	Dinkels II:	1.0 - 1.0 atü / 1.5 atü je nach pH
Dampfverbrauch für beide Dinkels:		1.2 t/h für 1.6 t/h Aldol (100%)

Berechnung von Wärmeübertragung

Aus manuskript 01.11.2014

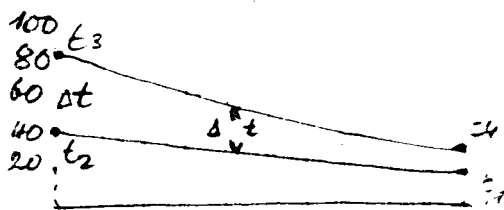
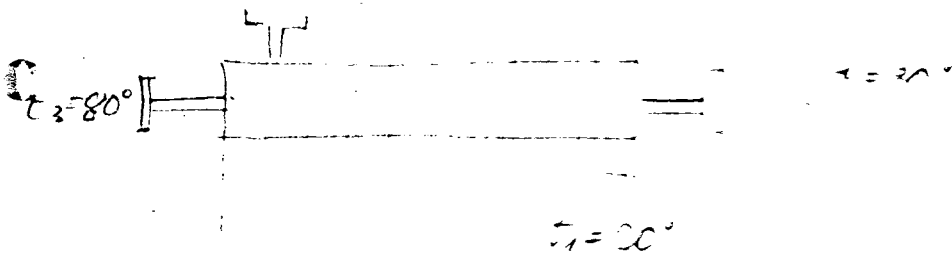
Wärmeübertragung in alle Richtungen
 von heißer Seite zu kalter Seite

der Wärmeübertragung mit 500 W/m^2
 während der Kühlzeit mit 100 W/m^2

Wärme kann nur durch die Wand
 zum Zeitpunkt Δt übertragen werden
 Temperaturerhöhung Δt da die Wärme
 Wärme immer von heißer Seite
 kälteres Medium

Wärmeübertragung durch Kühlung
 Berechnung mit 500 W/m^2 und 100 W/m^2

$$t_2 = 40^\circ$$



1667

Wärme kann auf 3 Arten ausgetauscht

1) Durch Leitung d. h. durch den Kontakt von Teilchen u. Teilchen innerhalb eines Stoffes wie sie z. B. in einem Eisen

2) Die z. B. an der warmen Innenwand durch die Füllwand zur kalten Mauerseite. Das wird u. a. durch die Zirkulation der Luftströmung

3) Durch Konvektion oder Strahlung wie man (Gas oder Flüssigkeit) Strahlung im Innern u. beheizenden Teil u. kühlenden Flächen ausstrahlung erreicht, z. B. durch Wärmestrahlung von dem Körper aus in die Luft (bei Körperparten wird im Wasser mit

3) Durch Abstrahlung die alle diese verschiedenen

für die Wärmeübertragung ist

3 Arten bestehen verschiedenen Möglichkeiten

0668

1) Wärmeleitung

Die Wärmeleiter, die die Wärme überträgt im Körper. Die Wärmeleitfähigkeit ist nach dem

Fourier'schem Gesetz

$$Q = \frac{\lambda}{s} \cdot F \cdot \Delta t$$

Merkmale:

Q = die durch die Fläche F und die Schichtdicke s fließende Wärmemenge Q in kcal, Δt ein Temperaturunterschied.

λ = die Wärmeleitfähigkeit des Materials
 (= Wärmemenge pro m² und s bei 1° C Temperaturunterschied)

= Materialkonstante

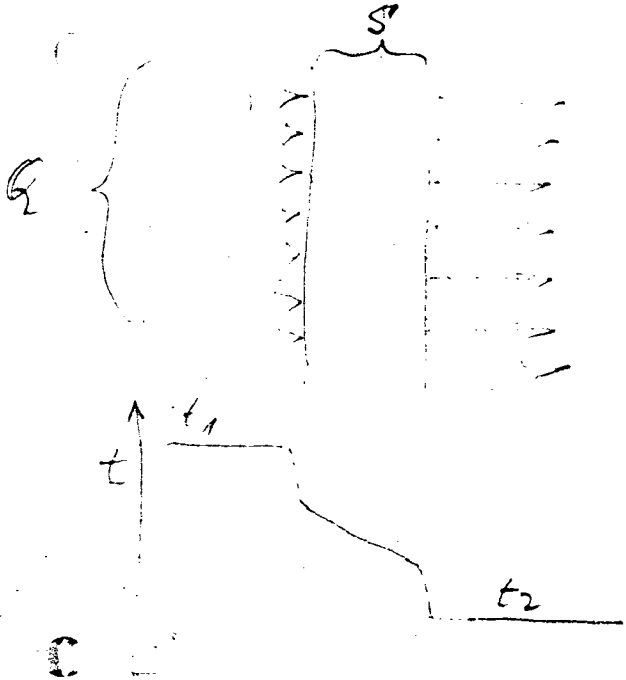
Al	200	100	100
Fe	80	100	100
Al-Si-Mischl.	150	100	100
Isolierte Mauer	0,2	100	100
Keramikstein	0,02	100	100
Baumwolle	0,04	100	100
Wolle	0,04	100	100
Wasser	0,02	100	100
Luft	0,02	100	100
Glas	0,02	100	100

0669

S = Wärmeleitfähigkeit des Materials

F = Wärmeaustauschfläche des Bauteils

t_1 u. t_2 = die auf beiden Seiten der Bauteile
vorherrschenden Mitteltemperatur



② Der Wärmedurchgang

Es gibt Wärmeübertragung durch Konvektion oder Konvektion.

Bei der Berechnung der Wärmehaushalte sind die Wärmehaushalte der Bauteile und der Temperaturen der Bauteiloberflächen. Zudem die Temperatur t_{inn} und t_{au} sind die Bauteiloberflächen wärme übertragen.

Die Wärmeübertragung oder die Wärmeübertragung ist die Wärmeübertragung der Bauteile. Die Wärmeübertragung ist die Wärmeübertragung der Bauteile. Die Wärmeübertragung ist die Wärmeübertragung der Bauteile.

Hierfür sind die Bauteile

Wärmedurchgang die Bauteile

$$R = \frac{1}{k} + \frac{1}{k_1} + \frac{1}{k_2} + \dots$$

k = Wärmedurchgang der Bauteile
die Wärmeübertragung der Bauteile
von dem Bauteil der Bauteile
Bauteilfläche zu Bauteilfläche
auf 1 Stunde und Bauteile
 k und bestimmt die Bauteile

$$\frac{1}{k} = \frac{1}{k_1} + \frac{1}{k_2} + \dots$$

alle W. die Wärmeenergie

jeht abhängig von

k_1 = Wärmeübergangskoeff. an der
äußeren Hof der Fassade

k = Wärmeleitfähig. der Bauteile
und Stärke

k_2 = Wärmeübergangskoeff. an der
innere Hof der Fassade

k_0 = Wärmeübergangskoeff. an der

äußeren Hof der Fassade

Wandfläche A_w = ...

Wandoberfläche und ...

übertragen wird ...

Art der Hof ...

und den Wärmeübergangskoeff.

besonders bei ...

(siehe "Hülle" usw.)

Hiermit ist die primäre Energie ...

Küchlein ganz ...

Widerstand

allgemein für einen Widerstand

Wichtig, dass der Widerstand durch die Temperatur
(Temperaturkoeffizient) mit dem Temperaturverlauf
 $\frac{1}{R}$... "verläuft" mit dem Temperaturverlauf

Formel: $q = I \cdot \frac{\Delta t}{R}$ mit $\bar{T} = T_m = \bar{a} = \dots$
zu messen $\bar{T} = \frac{\dots}{\dots}$

Also ist $\frac{1}{R}$ quasi ein "identischer" Verlauf
die Band dem Durchmesser der ...
menge eingesetzt

bestimmt geht in die ...
also ρ (Temperaturkoeffizient) ...
Temperatur der ...
denn die ...
alle ...
werten ein. ...
kritisch = 2320 ...
...
...
...
...

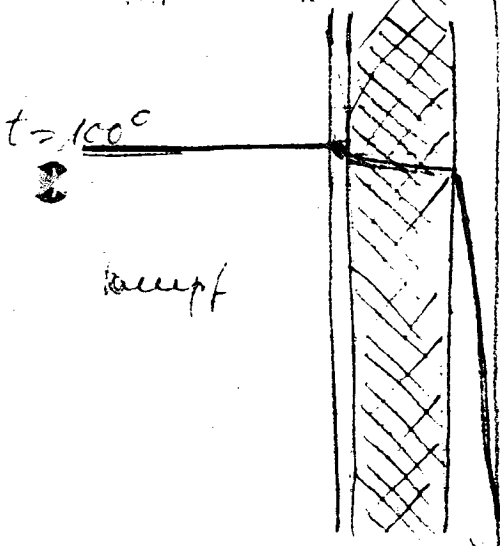
bei Temperaturdifferenz ...
 Perleam an Weij- und ...
 durch die arithmetische ...
 ausgedrückt, für ...
 wird das Integral ...

über die ganze ...
 die mittlere ...
 beide

Grund der Term ...

Wird die ...
 diese beiden ...
 man die ...
 zu ...

$$\frac{1}{\lambda_1} + \frac{S}{\lambda} + \frac{1}{\lambda_2}$$



$$\frac{S}{\lambda} = \frac{S}{\lambda_1} + \frac{S}{\lambda_2}$$

einplattigen
 Platten

$$\frac{1}{\lambda} = \frac{1}{\lambda_1} + \frac{1}{\lambda_2}$$

0674

...

Der Wärme durch den Wärmetransport wird
und wird etwa durch einen anderen Wärme-
transport in der Richtung des Wärme-
stroms und wird durch den Wärme-
strom, der die Wärme durch den Wärme-
strom des Wärme- und Wärme-
langsameren Stroms und Wärme-
-Gegensicht des Wärme- und Wärme-
transportes entsteht
Nelle auch Wärme des Wärme-
des Stroms auf Seite 1 ist ist

③ hämeställning
sick, von Stephan ...

$$E = C \cdot F$$

F = die von einer ...
hämestellung

Zusammenfassend kann es so gesehen werden.

a) man hält die Steckmängel zu bereits mit bekannten Formen von Apparaten, um den mit einem kleinen Gangzahlen aufgrund der Eigenschaften und behandelt sind.

b) Reinigung möglich durch Kombinationen

c) In Erfahrung eines der Eigenschaften aus ist es notwendig die unvollständigen Energiegang zu verbessern. Die Energie kann der durch die gleiche die gleiche der Energie da eine Erhöhung der an die nach bestimmten Energiegang's nicht bringt, es ist die in folgenden Fällen bezieht man sich auf Es ist $\frac{1}{k}$ bei einem Wärmeleiter:

$$Q_1 = 100 \text{ cal, m}^2, \text{ } ^\circ\text{C, h}$$

$$\lambda = 300 \text{ cal, m}^2, \text{ } ^\circ\text{C, h}$$

$$S = 0.003 \text{ m}^2$$

$$d_2 = 10 \text{ cal/m}^2, \text{ } ^\circ\text{C, h}$$

$$= \frac{100}{300 \cdot 0.003} = 111.11$$

$$= 111.11 \cdot 0.003 = 0.3333$$

$$= 0.0001$$

$$\frac{1}{k} = 0.11001$$

$$k = \underline{\underline{9 \text{ kcal m}^2, \text{ } ^\circ\text{C, h}}}$$

Erhöht man durch mechanische
Kapnahme den Bereich z_{max} zu
 $z_1 = 100$ auf 200 , dann ist

$$\frac{1}{K} = \frac{1}{260} + \frac{0,02}{300} + \dots$$

$$\frac{1}{K} = 0,1051$$

$$K = \underline{\underline{29}}$$

Erhöht man dagegen den nach oben
läufigen Bereich z_2 zu 200
dann ist

$$\frac{1}{K} = \frac{1}{110} + \frac{0,02}{300} + \frac{1}{200}$$

$$\frac{1}{K} = 0,0601$$

$$K = \underline{\underline{16,6}}$$

Es ist also zu sehen
dass man bei Erhöhung von
 z_1 (d.h. man raket hat
Rohrquälern) sich zu der
Külter

a. Hoch turckflap' die am besten
erhalten gute bäume überaus selten

Die bäume aber nur selten sind wie
proportional mit den abmessungen u
doppelter reichhaltigkeit mit diesen
- bräut man über die welt mit 1910

15. 11. 11

15. 11. 11

1680

Reaktorlauf
Reinspfit

77
50

104
Kocher-

70
72
MMS

1110c Reaktor

Reaktor

1.

1000 W
1000 W
1000 W
1000 W
1000 W

1000 W

Wasser

12.50

1000 W

1000 W

1000 W

1000 W

1000 W

1000 W

7

1000 W

1000 W

1000 W

1000 W

1000 W

1000 W

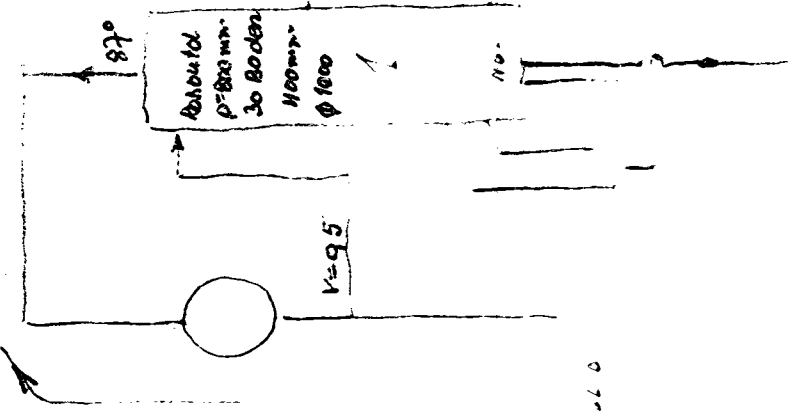
1000 W

1000 W

1000 W

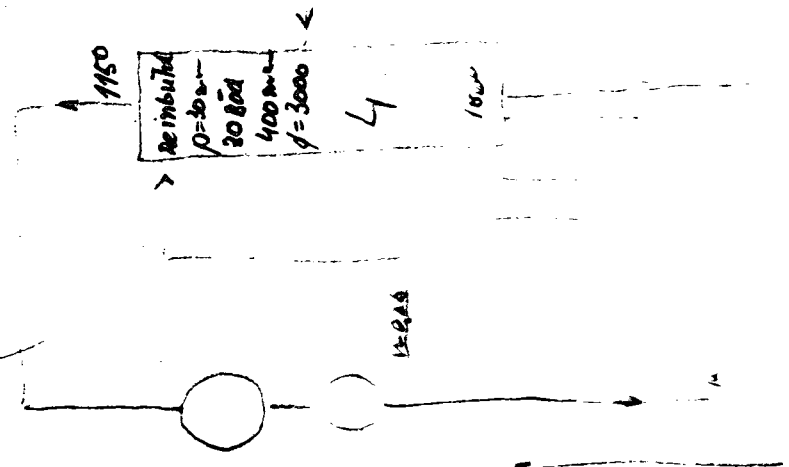
Butol-Destillation

Butanol	103	193	315	193
Sprit	372	406	638	1276
Wasser	219	957	1492	2262
Rückstand	31	38	41	39
	730	1594	2486	3720



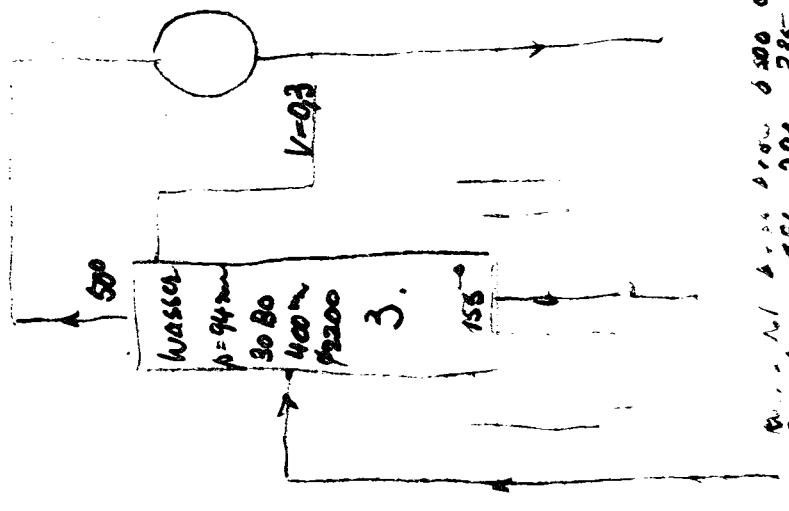
Butanol	4329	4400	4400	4400
Sprit	1461	1461	1461	1461
Wasser	281	281	281	281
Rückstand	7973	8222	7024	7201

Reibutol 6375 6375 6375 6375



Butanol	103	113	308	193
Sprit	372	406	638	1276
Wasser	1598	2478	1681	2208
Rückstand	225	319	376	319
	8702	9816	9570	10970

Wasser 1328 1461 189 446



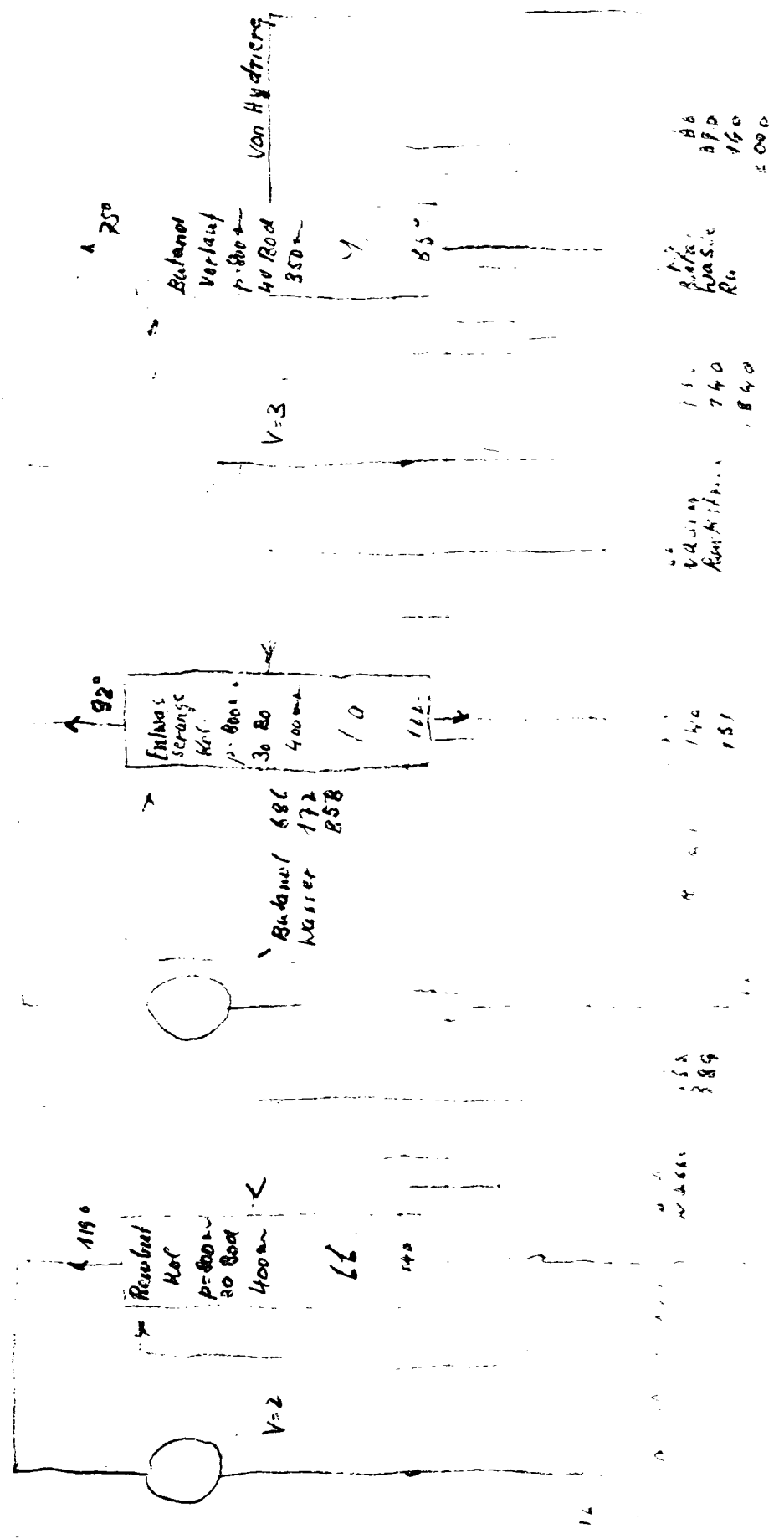
Butanol	600	600	600	600
Sprit	280	280	280	280
Wasser	6646	6761	6835	6760

Bil. 1000000000

Spirit 82
 Butanol 46
 Wasser 32
 160

Butanol 717
 Wasser 530
 1247

Bembutanol 1140



Butanol 86
 Wasser 370
 160
 1000

Wasser 11
 Butanol 740
 840

140
 151

153
 389

1140