Aldol-Fabrik

Hüls

A. Rohaldol

I. 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 - 1.8 %. Entsprechend dem kleinen Titer ist der Laugeverbrauch in Hüls sehr gering und beträgt z.Zt. nur ca. 0.1 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. 2½ 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 Kristallisiergefäß 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 wurd 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 Askania-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 Bedienungshaus) und Ovalradmesser den einzelnen Aldolisatoren zu.

Die Aldolisatoren bestehen in Hüls aus 2 Paketen zu je 8 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

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

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 CO_2 eindringen kann. Dieser Stickstoff darf nicht über den Allo-Regler, sondern muss in einer besonderen Leitung aus dem Fabriknetz entnommen werden.

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° C 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° C 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, sodaß 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 Aldolisation verfügt Hüls 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). Hüls 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 Hüls 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 Hüls 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 Hüls mittels Nadelventilen anhand eines Rotamessers. Im Gegensatz zu Schkopau hat sich der Rotamesser in Hüls 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 Hüls seit Jahren ohne Beanstandung.

2) Neutralisiergefäß

Zur Aufarbeitung des Rohaldols stehen in Hüls 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 Hülser 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 Hüls 10 cbm-Gefäße aus V2A gewählt. Die Verweilzeit beträgt ca. 1 Stunde. Hüls ist mit dieser Größe sehr zufrieden. Für den neuen Ausbau muss Hüls sowohl für die Neutralisiergefäße als auch für die Kristallisiergefäße phenyltalisierte 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 phenyltalisierten 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 hochsteigt. Phenyltalisierte 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 Hülser Zentrifugenraumes hat sich sehr schlecht bewährt. Es wird deshalb für Auschwitz dringend empfohlen, von der offenen Bauweise abzugehen. Hüls hat die offene Seite mit großen Schiebetüren versehen, welche im Winter geschlossen und im Sommer zur Minderung 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, phenyltalisiertes Eisengefäß ist im Hilfstanklager aufgestellt. Er ist mit Stickstoff über einen Allo-Regler belüftet und wird bei Zunahme der Aussentemperaturen ständig mit Wasser berieselt. 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 phenyltalisierten 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 phenyltalisiert, hat aber eine V2A-Düse, da eine phenyltalisierte Düse sich als unbrauchbar erwiesen hat. Der Verbrauch der Körting-Düse an Aldehydwasser ist ca. 12 cbm/h. Die Stopfbüchsenabsaugung der Zentrifugen wird nur im Sommer gefahren.

7) Zentrifugen

In Hüls sind Gehäuse und Trommel der Zentrifuge phenyltalisiert. 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 phenyltalisiertem Eisen zu erstellen. An 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 Eimern entleert 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 phenyltalisiert, 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.

10) Filtration

Nachkristallisationen werden in Hüls kaum beobachtet. Trotzdem wurde auf die Filtration nach dem Zwischengefäß nicht verzichtet, da immer etwas Salz beim Trüblaufen einer Zentrifuge in das Zwischengefäß 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 12 qm - Scheibler-Filter haben ein phenyltalisiertes Gehäuse und Rahmen aus V2A.

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 Hüls herrschenden Temperaturen braucht Rohaldol nicht beheizt zu werden). Als Reserve gemeinsam für Rein- und Rohaldol steht 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 phenyltalisiertem Eisen gewählt. In Hüls 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 %	52.87%	Acetaldehyd
Titer :	0.26	0.39%	Crotonaldehyd
Phosphorsäurekonz.:	17.2	45.70%	Aldol + Rückstand
		1.04%	Wasser

VI. Bedienungshaus

In Hüls 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 Neutralisiergefäß - Phosphorsäure-Bedienungsventil

4) Registrierender Mengenmesser für KOH zum Aldolisator - nicht erforderlich

5) Quecksilber-Manometer für Meßscheibe KOH-Eingang in Aldolisator - Kalilauge-Bedienungsventil

6) Manometer für Kalilaugedruck in der Zuleitung zum Aldolisator - Nadelventil zum Einstellen des Druckes in der Zugangsleitung (Vordruck 5 atü, gemessener Druck 2.7 atü)

7) Registrierender Mengenmesser für Umwälzmenge im Aldolisator (Eckart-Mengenschreiber mit Fernübertragung)

8) Zeigermanometer für Acetaldehyd-Druck

9) Registrierender Mengenmesser 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 Anzeigegerät

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 = 50 000 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 6.9 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

F der Bedarf an Aldol (100%) liegt zwischen 6301 - 6500 Kg/h für 30000 Jato B.S

10659/1

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 t/h Aldol 100%ig = 5 900 Jato B.S pro 10 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 Hülser 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 Fortschrittt 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 Dampfdrucken 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. Dampfdrucken 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 36 000 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 26 000 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 14 000 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 52000 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 auf Aldol für 60 000 Jato SS. 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-

zichtet. Das Scheibler-Filter muss mit Stickstoff leer gedrückt werden, um Sauerstoff in der Kolonne peinlichst auszuschalten. Vor der Destillation wird in Hüls ~~in~~ zu 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 Hüls 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 Dampfdrucken 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.o atü sein, d.h. der vom Kraftwerk gelieferte Dampfdruck in der Leitung muss mindestens 2.5 atü betragen.

Der Sumpfaustrag der Kolonne erfolgt in Hüls 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 lichte Weite der Siphons nicht kleiner sein als 100. Beide Siphons sind mit je einer Leitung in den Kolonnensumpf entlüftet. Auch diese Entlüftungsleitunger müssen reichlich dimensioniert sein - mindestens 100 -, weil sonst Schwierigkeiten im Sumpfaustrag auftreten.

Auch in Hüls 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 Hüls 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 Hüls verzichtet, da die Leitung häufig zukristallisiert (Paraldehyd ?).

2) <u>Anfahren der Kolonne</u>

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 Hüls 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
18,30	%	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 Hüls 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 Tato, 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 Hüls 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 Ring-leitung 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 vorgeschlagen ohne Rücksicht darauf, ob heisse oder kalte Flüssigkeiten die Ventile passieren (die in Berührung mit Flüssigkeit stehende Ventil-

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 Gußeisen eingesetzt werden

7) Tanklager

Das Reinaldol wird im Hilfstanklager in einem 100 cbm großen, beheizten Aluminiumtank 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. Im 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 phenyltalisiert - 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 CO_2-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 (Eckart-Messer mit Fernübertragung) - Bedienungsventil für Rücklauf

13) Alarm-Manometer für Differenzdruck Kolonne

14) 3 Ventile
   a) Kolonnenentspannung grob
   b) Kolonnenentspannung fein
   c) Zugang Frisch-N_2

15) Registrierendes Manometer für Druck im Kolonnenkopf

16) 6-Farbenschreiber für verschiedene Temperaturen

17) 25-Temperaturen-Wahlkontakt mit Anzeigegerät

C. Belegschaft

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

Schichtarbeiter (pro Schicht)

1 Schichtmeiser
1 Postenmann für Aldolisation 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 Hüls ist es versäumt worden, ausreichend für soziale Räume vorzusorgen. Es wurden deshalb provisorisch in Hüls 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.

1066211

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 Hüls 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:					
Acetaldehyd t.q.	100	10 000	0.784	7 840.-	7 840
KOH (100%) 124 Mole/h				6.95	
Wasser				61.40	
Kalilauge t.q.	11.2	62	1.102	68.35	68.35
H_3PO_4 (100%) 95 Mole/h				9.30	
Wasser				49.50	
Phosphorsäure t.q.	17.2	54	1.090	58.80	58.80
Eingang g e s a m t :					7 967.15
Ausgänge pro Aldolisator:					
Acetaldehyd (100%)	52.87			4 187.-	
Crotonaldehyd	0.39			31.-	
Aldol + Rückstand	45.70			3 620.-	
Wasser	1.04			82.-	
Rohaldol t.q.	100.00	8 040	0.985	7 920.-	7 920.-
Phosphat (100%)				14	
Wasser	-			33	
Zentrifugenaustrag + Verl.				47	47
Ausgänge g e s a m t :					7 967

Wassergehalt nach Neutralisation berechnet: 1.45%

Kühlwasserverbrauch Aldolisator: 305 m^3/h

Temperaturen:
- Acetaldehydeingang: 16° C
- Aldolisator Mitte: 20° C
- Aldolisator Ausgang: 20,5° C
- Kühlwasser für Aldolisator Eingang: 15° C
- Kühlwasser für Aldolisator Ausgang: 19° C
- Heisswasser für Aufwärmung Eingang: 65° C
- Neutralisiergefäß: 30° C
- Kristallisiergefäß: 30° C

Druck:
- Acetaldehydsammelleitung: 4.5 atü
- Acetaldehydeingang - Aldolisator: 3.0 atü
- Umwälzpumpe Aldolisator S.S.: 1.4 - 1.5 atü
- Umwälzpumpe Aldolisator D.S.: 2.8 - 3.0 atü
- Förderpumpe zum Scheiblerfilter D.S: 4.5 atü
- vor dem Filter: 2.0 atü

Druckdifferenz im Scheibler-Filter: maximal 1.0 atü zugelassen

B. Reinaldol

pH: 6.1-6.2

Produkt	Konz. Gew.%	l/h	Spez. Gew.	kg/h	Bilanz kg/h
Eingänge pro Kolonne:					
Acetaldehyd	52.87			9 380	
Crotonaldehyd	0.39			70	
Aldol + Rückstand	45.70			8 105	
Wasser	1.04			185	
Rohaldol t.q.	100.00	18 000	0.985	17 740	17 740
Zusatzwasser (8% v. einges. Aldol)					1 440
Kolonneneingang					19 180
Ausgänge aus Kolonne:					
a) Destillat Acetaldehyd		11 400	0.781	8 900	8 900
b) Sumpfaustrag t.q.					10 280
Kolonnenausgang					19 180
Wasserzusatz (Mischgef)				330	330
Acetaldehyd (100%)	4.50			480	
Crotonaldehyd	1.54			164	
Aldol + Rückstand	75.52			8 011	
Wasser	18.44			1 955	
Reinaldol t.q. (53.6 % des eingesetzten Rohaldols)	100.00	9 650	1.100	10 610	10 610

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

Eingang Kühlwasser für Kondensator I und II: 426 m^3/h
" " " Rieselkühler I und II: 40 m^3/h

Temperaturen:

Eingang Rohaldol:	20 - 25°C / 22.5°C
Kolonnenkopf:	21 - 23°C / 22 °C
Kolonnensumpf:	60 - 75°C / 68 °C
30 qm -Dinkels I: Übergang:	80 - 90°C / 85 °C x)
" Produktabg.:	75 - 85°C / 80 °C
" II: Übergang:	95 - 110°C / 103 °C x)
" Produktabg.:	90 - 105°C / 98 °C
Kühlwasser Kondensator I Eingang:	15°C
" " Ausgang:	20°C
" Rieselkühler Eingang:	15°C
" " Ausgang:	18°C
Acetaldehydübergang:	18°C
Reinaldolabgang	28 - 30°C / 29°C

Druck:

vor dem Scheiblerfilter:	4.2 atü
nach dem Scheiblerfilter:	4.0 atü
Zusatzwasserleitung:	6.0 atü
Kolonnenkopf:	40 mm Hg

x) Im Dampf gemessen

10663

Druck:	Kolonnensumpf:	106 mm Hg
	Acetaldehydvorlage:	40 - 50 mm Hg
	Acetaldehydförderpumpe:	2.0 atü
	Rücklaufförderpumpe:	5.0 atü
	Wasserpumpe 3. Rieselkühler:	5.0 - 8.0 atü
Dampfdr.	Dinkels I:	1.40 atü
	Dinkels II:	1.0 - 2.0 atü / 1.5 atü je nach pH
Dampfverbrauch für beide Dinkels:		6.2 t/h für 7.6 t/h Aldol (100%)

10666