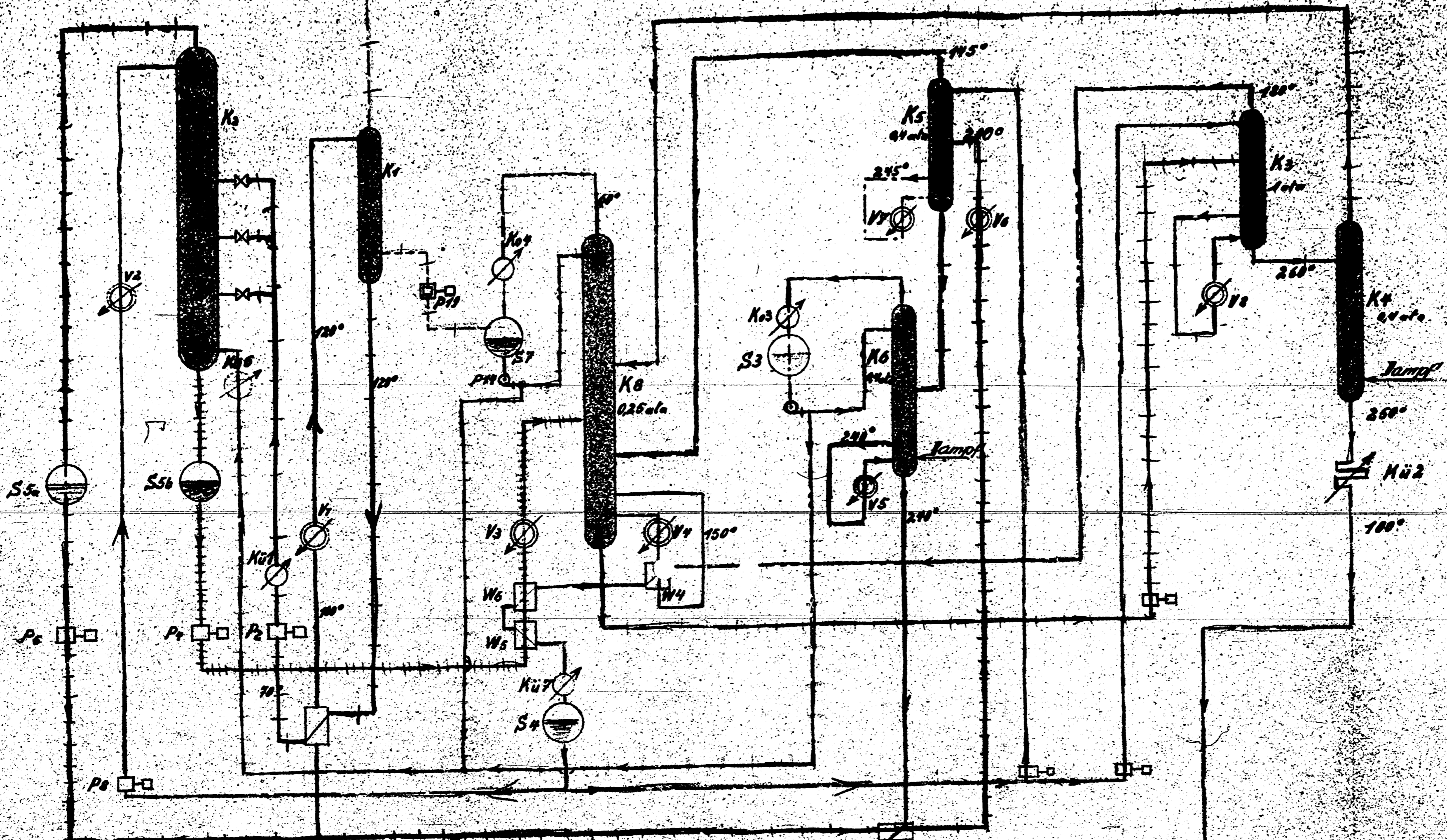


Phenolextraktionsanlage Moosbierbaum DR/Mb-Ph

Alternative

21298



- Pumpen
- Kühler, Kondensator
- Vorwärmer, Verdampfer
- Wärmetauscher
- luftgekühlter Kühler
- Speicher, Puffergefäß

- Rohöl
- Extrakt u. Extraktlösung
- Raffinat u. Raffinatlösung
- Phenol
- feuchtes Phenol
- Phenolwasser

11 877-8

30.8.73 Modell

POOR COPY 41

21265

## Gegenwärtiger Stand der Entphenolung von Abwässern aus Kohleveredlungsanlagen

Von Dr.-Ing. W. Herbert, Frankfurt a. M.

Sonderdruck  
aus „Oel und Kohle“,  
38. Jahrgang 1942,  
Heft 19, Seite 525/31

E. P. 1162



**Gegenwärtiger Stand der Entphenolung von Abwässern aus Kohleveredlungsanlagen**

Von Dr.-Ing. W. Herbert, Frankfurt a. M.

Die Industrie wird immer größer, aber die Wasserführung der Flüsse ändert sich nicht. Je mehr Kokereien, Schwelereien und Hydrierwerke in Betrieb kommen, um so dringender wird die Abwasserfrage. Neuzeitliche Kraftstoffwerke sind rohstoffgebunden, können also nicht immer an großen Flüssen errichtet werden. In manchen kleineren Flüssen ist der Fischbestand durch phenolhaltige Abwässer bereits ausgerottet, und man beschränkt sich darauf, wenigstens industrielle Schäden bei den flussabwärts befindlichen Anliegern zu vermeiden. Es hat nicht an Versuchen gefehlt, das Phenolproblem zu lösen, sei es durch Vernichtung der störenden Stoffe oder durch ihre Gewinnung.

**Phenolvernichtungsverfahren**

Die Behandlung der Wasser mit den verschiedensten Chemikalien, über die W. Weiler und F. Stierp<sup>1)</sup> berichtet, hat nicht zu praktisch brauchbaren Ergebnissen geführt; das gleiche gilt für die Oxydation mit Luft mit und ohne Chemikalienzusatz<sup>2)</sup>. Verdampfen des Wassers und Verbrennen des Eindampfrückstandes führt zwar zur Beseitigung der Phenole, ist aber mit sehr hohen Kosten verbunden, da starke Korrosionen auftreten. Das Ablösen von Koks mit phenolhaltigen Wässern scheitert an dem ungünstigen Verhältnis Abwasser:Koks, an der Geruchsbelastigung der Umgebung und an der Verschlechterung der Koksqualität. Lediglich die Gaswerke sind im allgemeinen in der Lage, ihre Phenolwässer zusammen mit den städtischen Abwässern, welche für einen raschen biologischen Abbau der Phenole sorgen, ohne besondere Schwierigkeiten zu beseitigen.

In Niederschlesien hat man mit gutem Erfolg Kokereiwässer in die Flotationsanlagen zur Trennung der Feinkohle von den Bergen geschickt. Da Phenolwasser wegen ihrer Neigung zur Schaumbildung eine flotationsfördernde Wirkung besitzen, konnte eine Ersparnis an Flotationsöl bei gleichzeitiger Verringerung des Phenolgehaltes der Wasser — wohl infolge von Adsorption der Phenole an die Feinkohle — erreicht werden<sup>3)</sup>.

Es ist auch schon vorgeschlagen worden, phenolhaltige Wasser durch Zusatz von Formaldehyd unschädlich zu machen<sup>4)</sup>, wobei eine Anfüllung von Harzen erfolgt, die abfiltriert werden muß. Auch dieses Verfahren hat sich in der Praxis nicht einführen können.

Vielfach helfen sich Schwelereien in der Weise, daß die Abwässer in den Tagebau geleitet werden. Hierbei besteht aber die Gefahr, daß der Untergrund verseucht wird, so daß die Phenole auf Umwegen in den Vorfluter gelangen können. Um diesen Übelstand zu mildern, werden die Wässer nach Möglichkeit vorher über Kesselaschen filtriert, die einen Teil der Phenole adsorptiv binden.

Gute Ergebnisse hat die nasse Oxydation in Form der biologischen Reinigung gezeigt. Dieses Verfahren wurde in England, wo das Problem der Reinigung der als „devil liquor“ bezeichneten Kokereiwässer schon länger drängte, zuerst angewendet<sup>5)</sup>. In Deutsch-

land wurde es von der Emscher-Genossenschaft in Essen, einer Gemeinschaftsgründung des Ruhrbergbaus, weiterentwickelt und in großem Maßstab eingeführt. Bei der biologischen Reinigung wird das durch Frischwasser verdünnte Abwasser in stark belüfteten Becken unter Zusatz von Fäkalien als Bakterienträger umgewälzt. Der Boden dieser Becken wird von Filterplatten gebildet, durch welche ständig Luft hindurchgepreßt wird. Die Bakterien sind in der Lage, die organischen Bestandteile des Wassers mit Hilfe des Sauerstoffs zu Kohlensäure zu oxydieren. An Stelle der biologischen Becken oder kombiniert mit diesen werden auch vielfach belüftete Tropfkörper (z. B. Schlackenschichten) verwendet, die mit dem Abwasser besiedelt werden. Diese Verfahren wurden in neuerer Zeit von Dr. E. Nolte<sup>6)</sup>, Magdeburg, durch den Zusatz geringer Mengen Phosphorsäure bzw. Phosphate erheblich verbessert (Magdeburger P-Verfahren). Die Phosphate regen das Wachstum der Bakterien und ihre Oxydationsleistung so stark an, daß nach Einarbeitung des Beckens kein Fäkalschlamm mehr benötigt wird und man mit kleineren Beckenabmessungen auskommt. Abb. 1 zeigt eine derartige Anlage auf einem Schwelwerk.

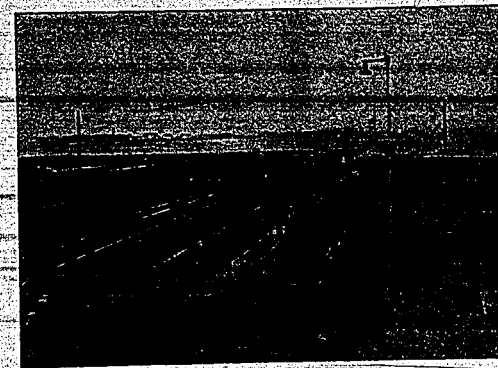


Abb. 1. Anlage zur biologischen Entphenolung auf einem Schwelwerk (Magdeburger P-Verfahren)

Trotz der eingeführten Verbesserungen erfordert die biologische Reinigung der Wässer auch heute noch einen erheblichen Kostenaufwand; man schaltet deshalb neuerdings zu ihrer Entlastung Phenolgewinnungsanlagen vor.

- 1) Chemiker-Ztg. 61, 836 [1937]; Techn. Gemeindebl. 37, Nr. 8 [1934].
- 2) D. R. P. 401457.
- 3) D. Witt u. F. Schuster, Gas- u. Wasserfach 71, 241 [1928].
- 4) Koppe, Zbl. Gewerbehyg. Unfallverhüt. 1936, 160.
- 5) D. R. P. 567625.
- 6) E. P. 161976; G. J. Fowler, E. Ardern u. W. T. Locker, J. Soc. chem. Ind. 1911, 174, 180, 181, 1912, 471; H. Schmidt, Braunkohle 40, 365 [1941].
- 7) Hebling u. H. Bach, Festschrift „25 Jahre Emscher-Genossenschaft“, S. 262 bis 276, Essen 1924; Z. angew. Chem. 39, 706 [1926]; M. Präß, Glückauf 61, 500 [1925].
- 8) Braunkohle 40, 245, 259 [1941].

Öl und Kohle Nr. 19, 15. Mai 1942

**Phenolgewinnungsverfahren**

Als der Bedarf an Phenolen so stark anstieg, daß man dazu überging, Carbonsäure synthetisch herzustellen, setzten auch Bemühungen ein, die Phenole aus den Abwässern zu gewinnen. Wenn auch die Verfahren zur Phenolgewinnung im allgemeinen verlustbringend arbeiten, so rechtfertigten sich diese Bemühungen doch darin, daß die volkswirtschaftlich wertvollen Rohstoffe erhalten wurden, und daß die Schlußreinigung der entphenolten Wässer nur noch geringere Kosten verursacht. Viele Werke sind nach Einschaltung einer Entphenolungsanlage in der Lage, das auf diese Weise vorgereinigte Wasser mit phenolfreien Werksabwässern so weit zu verdünnen, daß eine biologische Nachreinigung nicht mehr erforderlich ist.

Die ersten großtechnischen Versuche zur Phenolgewinnung aus Kokereiwässern wurden nach dem Weltkrieg etwa gleichzeitig im Ruhrgebiet<sup>7)</sup> und in den USA<sup>8)</sup> durchgeführt.

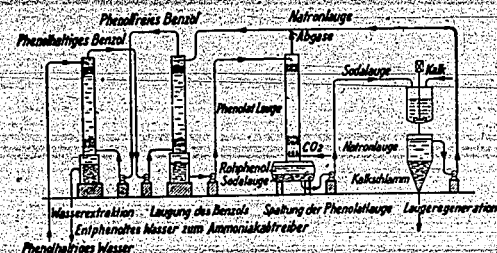


Abb. 2. Schema des Pott-Hilgenstock-Verfahrens zur Phenolgewinnung aus Kokereiwässern

Die Emscher-Genossenschaft versuchte zunächst, eine Extraktion der Wässer mit Benzol vorzunehmen. Die Abwässer wurden in mit Raschig-Ringen gefüllten Gegenstromwäschern mit 25% Benzol behandelt, wobei das Benzol etwa 1 Gew.-% Phenole aufnahm. In einem zweiten Arbeitsgang wurde das Benzol vom Phenol abdestilliert und ging im Kreislauf zur Extraktion zurück. Dieses Verfahren arbeitete unbefriedigend, da der Phenolgehalt des Wassers von 2 bis 3 g/l nur auf 0,7 bis 0,9 g zurückging. Die Anwendung einer größeren Benzolmenge bei der Extraktion war nicht tragbar, da es mit wirtschaftlichen Mitteln nicht möglich ist, 100 oder noch mehr Gewichtsteile Benzol auf 1 Gewichtsteil Phenole abzudestillieren. Die Emscher-Genossenschaft übernahm deshalb ein von Pott-Hilgenstock<sup>9)</sup> angegebenes Verfahren, wonach die Gewinnung der Phenole aus dem Benzolextrakt nicht durch Destillation, sondern durch Extraktion mit Natronlauge vorgenommen wird (vgl. Abb. 2). Man erhält hierbei kein Rohphenolöl, sondern Phenolat-lauge, welche in einem weiteren Prozeß durch Behandlung mit Kohlensäure in Phenole und Soda zerlegt wird, die wiederum mit Kalk zu Natronlauge kaustifiziert werden muß. Man hat aber den großen Vorteil, daß ohne wesentlichen Mehraufwand mit großem Benzolumlauf und daher hervorragender Entphenolungswirkung gearbeitet werden kann. Dieses Verfahren wurde in der Folgezeit in zahlreichen Ruhrkokereien eingeführt<sup>10)</sup>.

Öl und Kohle Nr. 19, 15. Mai 1942

Das Pott-Hilgenstock-Verfahren kann zusammenfassend wie folgt gekennzeichnet werden:

Es erlaubt eine sehr weitgehende Entphenolung der Wässer, hat sich im Kokereibetrieb gut bewährt, deckt aber bei den dort vorkommenden Phenolgehalten lediglich die Betriebskosten ohne Kapitaldienst. Es ist nicht ohne weiteres außerhalb des Ruhrgebietes anwendbar, da die Verarbeitung der Phenolatlaugen nur in einer zentralen Anlage lohnend ist, und die Laugen aus Frachtgründen nicht weit transportiert werden können.

Man hat sich bemüht, das Pott-Hilgenstock-Verfahren auch auf Schwelbetriebe zu übertragen<sup>11)</sup>. Es kam jedoch aus folgenden Gründen nicht zur Aufstellung von Großanlagen:

Benzol ist für Schwelwerke ein betriebsfremder Stoff, der nicht aus eigener Produktion ergänzt werden kann; die Rückgewinnung der im Abwasser gelöst bleibenden Benzolanteile ist nicht, wie in Kokereien, auf einfache Weise durchführbar, da Schwelwerke ihre Abwässer wegen des geringen Ammoniakgehaltes nicht über Ammoniakabtreiber schicken.

Man müßte eine Erhitzung des Abwassers auf etwa 100° vornehmen lediglich, um das im Wasser gelöst verbliebene Benzol zurückzugewinnen, was erhebliche zusätzliche Kosten verursacht.

Zwecks Umgehung dieser Schwierigkeit hat man vorgeschlagen, bestimmte Schwelölfractionen, z. B. entphenoltes Mittelöl der Lurgi-Schelereien, für die Entphenolung heranzuziehen<sup>12)</sup>. Tatsächlich gelingt es auf diesem Wege durch Anwendung eines Ölkreislaufes von 100 bis 200%, bezogen auf Wasser, brauchbare Entphenolungseffekte zu erzielen. Die Verluste durch gelöstes Öl sind verschwindend gering, da bereits das phenolhaltige Schwelwasser mit Öl gesättigt ist. Auch dieses Verfahren scheiterte bisher an den sehr stabilen Emulsionen, welche zwischen Öl und Schwelwasser auftreten und nur in schnelllaufenden Zentrifugen beseitigt werden können. Noch größere Schwierigkeiten ergeben sich bei der Aufbereitung der Phenolat-lauge, da Schwelwasser neben Phenolen ganz erhebliche Mengen Dioxybenzole (z. B. Brenzcatechin) enthalten, die aus der Phenolat-lauge durch Kohlensäure nicht mehr abgeschieden werden können. Es entsteht also ein so großer Natronlaugebedarf, daß das Verfahren hieran scheitern muß.

In den Jahren 1925 bis 1928 entwickelte Koppers ein Entphenolungsverfahren<sup>13)</sup>, das sich gegenüber dem Pott-Hilgenstock-Verfahren dadurch auszeichnet, daß es keinerlei Lösungsmittel benötigt. Es ist infolgedessen auch dort anwendbar, wo Benzol zur Extraktion

- 9) A. P. 1566795, 1566796, 1595602, 1595603, 1595604, 1600228.
- 10) D. R. P. 370151, 375309, 397466, 399676, 418623, 436522.
- 11) P. Hoening, Z. angew. Chem. 42, 325 [1929]; O. Krebs, Chemiker-Ztg. 57, 721 [1933]; W. Präß, Glückauf 64, 1359 [1928]; F. Raschig, Z. angew. Chem. 40, 897 [1927]; A. Weindel, Glückauf 63, 401 [1927], 64, 498 [1928]; H. Wiegmann, Glückauf 64, 397, 435, 605 [1928]; Brennstoff-Chem. 11, 285, 304 [1930]; Instn. Gas Engrs. Comm. 21, 36 [1930]; B. F. Hatch, Blast Furnace Steel Plant 1929, 1493; H. Wiegmann, Gesundheitsing. 61, 64 [1938].
- 12) M. Präß, Gas- u. Wasserfach 72, 791 [1929].
- 13) D. R. P. 504337, 516527.
- 14) E. Kersten, Braunkohle 40, 281 [1941]; H. Schmidt, ebenda, S. 365.
- 15) D. R. P. 567625, 552536; Gas- u. Wasserfach 72, 797 [1929].



nicht zur Verfügung steht bzw. die Benzolrückgewinnung Schwierigkeiten machen würde.

Beim **Koppers-Verfahren** wird das phenolhaltige Wasser unter Anwendung von großen, im Kreislauf geführten Spüldampfmengen (etwa 2000 m<sup>3</sup> Dampf auf 1 m<sup>3</sup> Wasser) in einer Kolonne ausgedampft, wobei die wasserdampflichen Phenole, insbesondere also Carbonsäure und Kresole, verdampfen und aus dem Gemisch mit Wasserdampf durch Absorption in heißer Natronlauge ausgeschieden werden. Dieses Dampfmlaufverfahren wurde 1928 in der Kokerei Hamilton in Ohio und anschließend in einigen weiteren USA-Kokereien eingeführt, während die Kokereien in Deutschland das **Pott-Hilgenstock-Verfahren** vorgezogen haben. Das **Koppers-Verfahren** wurde in mehrjähriger Arbeit von der Aktiengesellschaft Sächsische Werke für die Anwendung auf Schwelwasser weiterentwickelt und anschließend in einigen ihrer Schwelwerke eingeführt.<sup>14)</sup>

In seiner heutigen Ausführungsform arbeitet das Verfahren wie folgt:

Das phenolhaltige Schwelwasser wird zunächst in einer Entsäuerungskolonne mit Dampf behandelt, wobei Kohlensäure, Schwefelwasserstoff und ein Teil des Ammoniaks abgetrieben werden (Abb. 3). Mit den Abschwämen der Entsäuerungskolonne entweichen auch einige Prozente des Phenols. Das entsäuerte, heiße Schwelwasser geht auf den oberen Teil des Entphenolungsturmes, durch welchen eine sehr große Wasserdampfmenge mittels eines Gebläses im Kreislauf gewälzt wird. Der Kreislaufdampf passiert im unteren Teil der Kolonne ein System von Glockenböden, über welche Natronlauge rieselt; er gibt hier seinen Phenolgehalt ab, um anschließend sofort wieder für die Ausdampfung weiterer Wassermengen im oberen Teil des Turmes eingesetzt zu werden. Das entphenolte Wasser wird in der Mitte des Turmes abgezogen. Die mit Phenolen etwa halbesättigte Natronlauge wird in einem nachgeschalteten Waschturm mit phenolhaltigen Schwerbenzin behandelt, wobei gleichzeitig phenolfreies Schwerbenzin und eine voll-angesättigte Phenolatlauge erhalten werden. Die Phenolatlauge wird dann, ähnlich wie beim **Pott-Hilgenstock-Verfahren** (Abb. 2), mit Kohlensäure gespalten, mit Kalk kaustifiziert und geht danach zum Waschturm zurück. Beim Ausdampfen neigt das Schwelwasser dazu, auch Fettsäuren abzugeben, welche im Phenol unerwünscht sind. Um diesen Effekt zu unterdrücken, wird im Dampfkreislauf ein erheblicher Ammoniakgehalt aufrechterhalten. Das Ammoniak drängt die Dissoziation der im Schwelwasser vorhandenen fettsäuren Ammonsalze so stark zurück, daß im wesentlichen nur Phenole ausgedampft werden. Die Entphenolung gelingt bis auf rd. 0,6 g wasserdampfliche Phenole/l. Höher siedende Phenole, wie z. B. Brenzcatechin, Alkylphenole und dergleichen, können bei diesem Ausdampfverfahren naturgemäß nicht gewonnen werden. Diese Stoffe verbleiben im Abwasser; wenn sie in größeren Mengen vorhanden sind, erfordert die weitere Reinigung noch einen zusätzlichen Aufwand.

Es ist weiterhin versucht worden, die Phenolgewinnung mit Aktivkohle durchzuführen. Im Jahre 1930 baute die Lurgi auf einer Ruhrkokerei im Auftrag der Carbo-Norit-Union<sup>15)</sup> eine Aktivkohleanlage, welche nach folgendem Prinzip arbeitet:

Das durch Koksfilter vorgereinigte Wasser wird abwechselnd von unten nach oben durch zwei mit körniger Aktivkohle gefüllte Behälter geleitet (Abb. 4). Die Aktivkohle hält die Phenole bis auf einen Restgehalt von 0,05 g/l zurück. Hierbei wird das Wasser auch von höher siedenden Phenolen und anderen organischen Begleitstoffen befreit. Nachdem die Aktivkohle mit etwa 6 bis 10% ihres Gewichtes an Phenolen beladen ist, wird das Abwasser auf einen zweiten Behälter geschaltet, während der erste aus einem mit Benzol gefüllten Hochbehälter in Richtung von oben nach unten mit Benzol extrahiert wird. Das heiße Benzol löst die Phenole aus der Aktivkohle wieder heraus. Das unten austretende Benzol-Phenol-Gemisch geht über einen Abscheider zum Benzol-Phenol-Behälter. Von dort aus wird es in eine Destillierkolonne geführt. Da der Phenolgehalt des Benzols ein Vielfaches von dem beträgt, was beim **Pott-Hilgenstock-Verfahren** erreichbar ist, kann die Rückgewinnung des Phenols destillativ mit geringen Kosten durchgeführt werden. Man spart also den Weg über die Phenolatlauge. Die oben aus der Kolonne abziehenden Benzoldämpfe werden in dem nachgeschalteten Kühler verflüssigt und wandern dann zurück in den Hochbehälter, um für weitere Extraktionen eingesetzt zu werden.

Nach der Phenolextraktion der beladenen Aktivkohle erfolgt eine Ausdampfung mit Wasserdampf in Richtung von oben nach unten zwecks Beseitigung der Benzolreste aus der Kohle. Das Gemisch von Benzoldampf und Wasserdampf geht über einen Kondensator, wird dort verflüssigt und gelangt dann über den Abscheider in den Benzol-Phenol-Sammelbehälter. Die ausgedämpfte Kohle ist nunmehr unmittelbar zur Entphenolung weiterer Wassermengen verwendbar.

Das Aktivkohleverfahren liefert die höchste Phenolansbeute, die jemals in Großanlagen erreicht wurde. Die Betriebskosten einschließlich der Aktivkohle-Ersatzkosten sind bei Verarbeitung von Kokereiwässern auch keineswegs prohibitiv. Trotzdem wurde die erste Anlage in einer Zeit, als die Phenolpreise einen besonders tiefen Stand erreicht hatten, stillgelegt. Weitere Anlagen wurden nicht mehr gebaut, wofür wohl einerseits die Abneigung gegen den diskontinuierlichen Betrieb des Verfahrens und andererseits der Umstand maßgebend waren, daß sich die Emscher-Genossenschaft im Hinblick auf den bereits erfolgten Bau zahlreicher Anlagen nach dem **Pott-Hilgenstock-Verfahren** auf die Verarbeitung von Phenolatlauge eingerichtet hatte.

Als mit der Entstehung neuer Hydrier- und Schwelwerke die Abwasserfrage immer dringender wurde, entwickelte die I. G. Farbenindustrie A.-G. das **Tri-kresylphosphatverfahren**<sup>16)</sup>.

Tri-kresylphosphat ist eine bei 280° bis 285° unter 10 Torr siedende, farblose Flüssigkeit, die ein außergewöhnlich hohes Aufnahmevermögen für Phenole besitzt. Es genügt, Schwelwasser zweimal mit 5 bis 10% Tri-kresylphosphat zu schütteln, um auf Phenolrestgehalte unter 0,5 g/l zu kommen. Die Phenole

<sup>14)</sup> H. Just, Braunkohle 40, 245 (1941).  
<sup>15)</sup> D. R. P. 534 204, 540 054, 543 014, 543 015, 543 791, 545 160, 564 668, 579 643, 670 272, 675 391; F. Stierp, Gas- u. Wasserfach 76, 105 (1933).  
<sup>16)</sup> D. R. P. 532 291, 633 895; O. Schönburg, Brennstoff-Chem. 12, 69 (1931); E. Gömeier-Kree, Brennstoff-Chem. 17, 466 (1936).

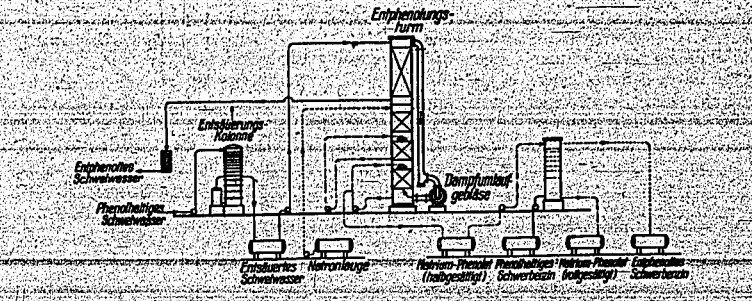


Abb. 3. Schwelwasserentphenolung nach dem Dampfmlaufverfahren (Koppers-ASW) kombiniert mit Phenolgewinnung aus Schwerbenzin. Nach „Braunkohle“ (1).

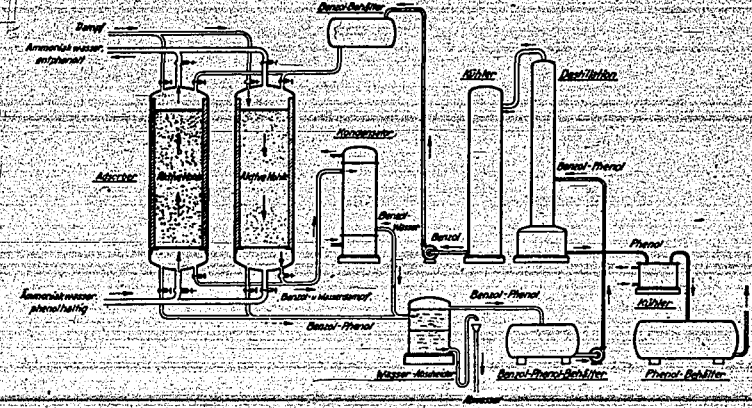


Abb. 4. Aktivkohleverfahren zur Entphenolung von Kokereiwässern (Carbo-Norit-Union und Lurgi)

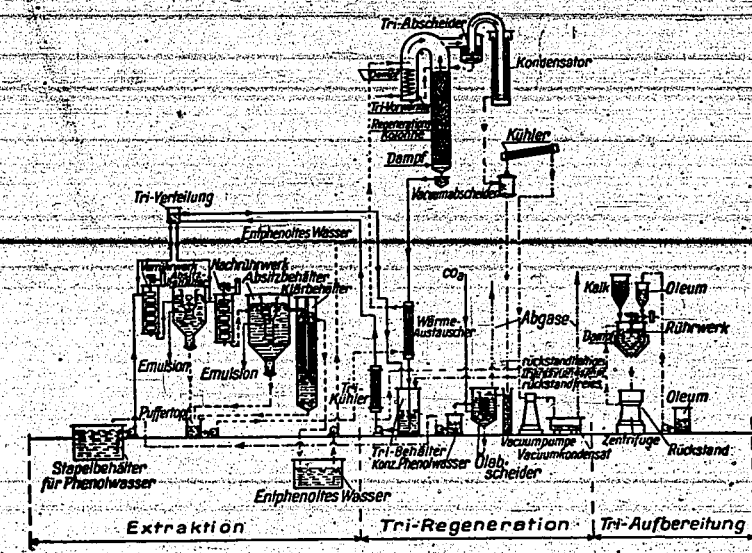


Abb. 5. Entphenolungsanlage nach dem Tri-kresylphosphatverfahren (I. G. Farbenindustrie)

könnten anschließend durch Vakuumdestillation wieder aus dem hochsiedenden Lösungsmittel abgetrennt werden.

Abb. 6 zeigt die Gesamtanordnung einer Triphosphat-Anlage. Das Wasser wird zweistufig im Gleichstrom über Mischpumpen und Absitzbehälter mit dem Lösungsmittel behandelt. Das phenolhaltige Tri-kresylphosphat geht über einen Puffertopf und Wärmetauscher sowie Vorwärmer in eine Regenerationskolonne, in der die Phenole im Vakuum abdestilliert werden. Das als Rückstand verbleibende Lösungsmittel geht nach Abkühlung zur Extraktion zurück. Eine Teilmenge wird ständig aus dem Kreislauf abgezweigt und durch Behandlung mit Öleum und Kalk von den aufgenommenen teerigen Begleitstoffen soweit als möglich befreit. Nach diesem Verfahren wurden mehrere Anlagen in Schwel- und Hydrierwerken gebaut. Bei längerem, praktischem Betrieb zeigten sich besonders in Schwelwerken Nachteile, die wesentlich dadurch bedingt waren, daß das Tri-kresylphosphat die Phenole bei der Destillation nur schwierig abgibt. Es kam vor, daß phenolhaltiges Tri-kresylphosphat im Extraktionskreislauf umlief, wodurch der Entphenolungseffekt beeinträchtigt wurde. Außerdem reicherten sich im Tri-kresylphosphat die hochsiedenden organischen Wasserbegleitstoffe an, wodurch das Lösungsmittel verdickte und die Extraktionsleistung zurückging.

Wie die Entwicklung in der Praxis gezeigt hat, ist keines der bisherigen Entphenolungsverfahren universell anwendbar. Immer wieder kommt es vor, daß ein Verfahren, welches in einer Anlage gute Ergebnisse zeigt, in einer anderen Anlage völlig versagt. In den günstigsten Berichten



über Betriebserfahrungen wird angegeben, daß die Betriebskosten der Anlagen aus dem Erlös gedeckt werden können. So ist es zu erklären, daß immer noch zahlreiche Werke ihr Abwasser mit behelfsmäßigen, ja kostspieligen Methoden beseitigen, statt die Phenole zu gewinnen. Besonders für Schwelereien war bis vor kurzem noch keine wirklich befriedigende Lösung gefunden.

**Das Phenosolvanverfahren**

Als in den letzten Jahren immer mehr und immer größere Schwelwerke gebaut wurden, ergab sich auch für die Lurgi die Notwendigkeit, die Frage der Entphenolung erneut zu studieren.

Auf das Aktivkohleverfahren konnte nicht zurückgegriffen werden, da der Gehalt der Schwelwasser an hochsiedenden Begleitstoffen und die Polymerisationsneigung dieser Stoffe so groß ist, daß der Aktivkohleverbrauch untragbar geworden wäre. Bei den im Jahre 1937 in Angriff genommenen Arbeiten wurde das Ziel darin gesehen, ein Verfahren zu entwickeln, welches in seiner Leistung nicht von der Zusammensetzung der einzelnen Wasser abhängig ist. Es war nämlich vielfach gar nicht möglich, auf die Natur der auch unter sich verschiedenen Schwelwasser von vornherein Rücksicht zu nehmen, weil diese Wasser meist erst nach Fertigstellung des Schwelwerkes zur Verfügung standen.

Im Verlauf der Vorarbeiten wurde eine große Anzahl Lösungsmittel auf ihre Entphenolungsleistung gegenüber Schwelwässern geprüft. Darunter zeigte eine bestimmte Gruppe, die später mit „Phenosolvan“ bezeichnet wurde, ganz besonders günstige Eigenschaften.

Das Phenosolvan ist ein Gemisch verschiedener Ester von höheren, aliphatischen Alkoholen. Es hat eine Dichte von etwa 0,88 und siedet zwischen 110° und 130°. Es besitzt das weitaus größte Phenolextraktionsvermögen unter allen bekannten Lösungsmitteln. Beispielsweise sind bei der Gegenstromextraktion eines Schwelwassers mit einem Phenolgehalt von 7,0 g/l zur Erreichung eines Endgehaltes von 0,1 g/l erforderlich:

Benzol	220 Vol.-%	} bezogen auf Schwelwasser
Entphenoltes Schwelöl	250 Vol.-%	
Triäthylphosphat	17,5 Vol.-%	
Phenosolvan	10 Vol.-%	

Da sich das Phenosolvan von dem aufgenommenen Phenol beim Erhitzen leicht trennt, kann es aus dem Phenolextrakt durch Desfillation ohne weiteres wiedergewonnen werden.

Im weiteren Verlauf der Entwicklung stellte sich heraus, daß sich die I. G. Farbenindustrie A.-G. mit gleichartigen Arbeiten beschäftigte. Dies führte im Jahr 1940 zu einer Zusammenarbeit für die weitere Entwicklung und Verwertung des Verfahrens im großtechnischen Maßstab. Der im Frühjahr 1940 aufgenommene Betrieb einer Versuchsanlage erlaubte es, die technischen und wirtschaftlichen Leistungen des Verfahrens so zu präzisieren, daß bereits im Sommer gleichen Jahres eine Großanlage gebaut werden konnte. Diese erste Großanlage, welche auf einem Hydrierwerk seit Oktober 1941 in Betrieb ist und bereits erweitert werden soll, arbeitet nach folgendem Schema (Abb. 6):

Das Hydrier- bzw. Schwelwasser wird nach Durchgang durch einen rein mechanisch wirkenden Abscheider über einen Begasungsturm gepumpt, in dem die Abgase aus der nachgeschalteten Anlage zwecks Rückgewinnung der in ihnen enthaltenen Lösungsmitteldämpfe gewaschen werden. Sodann wird das Wasser in der dreistufigen Extraktionsgruppe mit 10 Vol.-% Phenosolvan im Gegenstrom behandelt. Das ent-

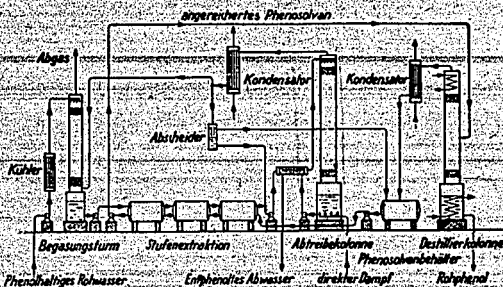


Abb. 6. Phenosolvananlage zur Phenolgewinnung aus Hydrier- und Schwelwässern. (Verfahren I. G.-Lurgi)

phenolte, aber noch 0,7% gelöstes Phenosolvan enthaltende Wasser fließt über einen Wärmeaustauscher in eine Abtreibekolonnie, in der das Phenosolvan mit etwa 1% des Wassers durch direkten Dampf abgetrieben wird. Im Kondensator wird ein Gemisch von Wasser und Phenosolvan niedergeschlagen, das sich in einem Abscheider nach dem spezifischen Gewicht trennt. Die obere, aus Phenosolvan bestehende Schicht wird in den Phenosolvansammelbehälter geleitet, die untere, wässrige Schicht geht zurück. Das aus dem Sumpf der Kolonne abfließende Wasser gelangt über einen Wärmetauscher in den Abwasserkanal.

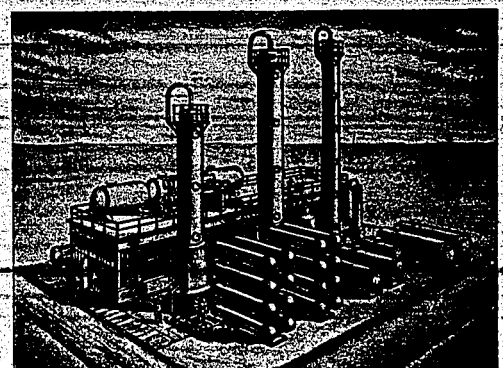


Abb. 7. Aufbau einer Phenosolvananlage

Eine Destillierkolonne zerlegt das von der Stufenextraktion kommende, mit Phenolen beladene Phenosolvan in reines Lösungsmittel, welches als Destillat in den Extraktionskreislauf zurückkehrt, und in Phenol, das als Destillationsrückstand verbleibt. Abb. 7 veranschaulicht den Aufbau einer Großanlage. Nachdem in den letzten Jahren zahlreiche halotechnische und großtechnische Versuche mit den verschiedensten Schwel- und Hydrierwässern durchgeführt und

Öel- und Kohle  
Nr. 19. 15. Mai 1942

die Ergebnisse dieser Versuche im 1 1/2-jährigen Betrieb einer Groß-Versuchsanlage und im halbjährigen Betrieb der ersten Großanlage bestätigt wurden, kann heute gesagt werden, daß mit dem Phenosolvan-Verfahren erstmalig ein universell verwendbares Entphenolungs-Verfahren geschaffen wurde, das nicht nur wirtschaftlich arbeitet, sondern in größeren Anlagen bei Verarbeitung von Spillgasschwelwässern sogar eine kurzfristige Amortisation des investierten Kapitals erlaubt. Die zahlreichen Versuche, welche in den Laboratorien der I. G. Farbenindustrie und der Lurgi bisher durchgeführt wurden, haben endgültig die Frage geklärt, weshalb die früheren Verfahren in einzelnen Fällen gute Ergebnisse brachten und in anderen Fällen versagten. Da es von allgemeinem Interesse ist, sollen die bei den Untersuchungen gewonnenen Erkenntnisse nachstehend mitgeteilt werden.

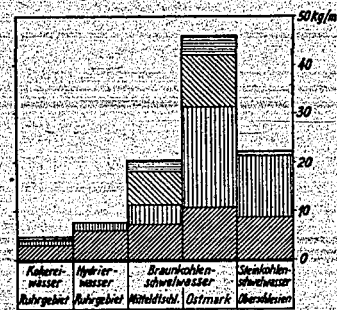


Abb. 8. Zusammensetzung typischer Phenolwässer

Wie Abb. 8 zeigt, enthalten Phenolwässer neben den eigentlichen Phenolen (Carbolsäure, Kresole, Xylenole) noch sehr erhebliche Mengen organischer Begleitstoffe, wie z. B. Alkylphenole, Dioxybenzole, Teersäuren, Pyridin-, Chinolin-Basen, Ketone, Fett- und Huminsäuren. Der Gehalt an organischen Stoffen kann 30, 40, ja 50 kg/m<sup>3</sup> Wasser betragen. Hinzu kommen noch 10 bis 20 kg, bei Hydrierwässern sogar bis zu 100 kg/m<sup>3</sup> NH<sub>3</sub> und CO<sub>2</sub> neben kleinen Mengen H<sub>2</sub>S und SO<sub>2</sub>. Derartige Flüssigkeiten sind kaum noch als Abwässer zu bezeichnen, sie müssen vielmehr als chemische Lösungen angesehen und behandelt werden. Es leuchtet ein, daß die genannten Wasserbegleitstoffe nicht nur das Phenolgewinnungsverfahren empfindlich stören, sondern auch das biologische Gleichgewicht der Flüsse in Unordnung bringen können. Es genügt daher im allgemeinen nicht, die eigentlichen Phenole aus dem Wasser zu entfernen; auch die organischen Begleitstoffe müssen so weit wie möglich beseitigt werden.

Stellen wir uns nun die Wirkung dieser Wasserbegleitstoffe auf einige Phenolgewinnungsverfahren vor. Würde man z. B. ein blankfiltriertes Schwelwasser durch ein Aktivkohle-Filter leiten, so werden zwar fast alle technisch interessanten Stoffe des Wassers adsorbiert, dagegen gelingt es nur, einen geringen Teil der hochsiedenden Phenolanteile wieder heraus zu extrahieren. Die Aktivkohle würde also bereits bei der zweiten Beladung eine erheblich geringere Aufnahme-fähigkeit aufweisen. Nach kurzer Zeit wäre

ein befriedigender Betrieb infolge Verstopfung der feinen Poren der Aktivkohle mit verhärteten Teersäuren nicht mehr möglich.

Führt man dagegen der gleichen Aktivkohle die phenolhaltigen Abwässer einer synthetischen Phenolgewinnungsanlage zu, also Abwässer, die wirklich nur Carbolsäure enthalten, so wird sie im Dauerbetrieb Entphenolungsleistungen zeigen, die auf andere Weise auch nicht annähernd erreicht werden können.

Würde man, um bei obigem Beispiel zu bleiben, das Schwelwasser ostmärkischer Braunkohle mit Triäthylphosphat entphenolen, so wäre folgendes zu erwarten: Beim Ausschütteln des Schwelwassers mit 10 Vol.-% Triäthylphosphat entsteht ein Extrakt, der 10% Phenole und 20% hochsiedende saure Öle enthält. Beim Abtreiben des Phenols im Vakuum aus dem Lösungsmittel werden die Phenole verdampft, während die höhersiedenden Öle zum großen Teil, beispielsweise in einer Menge von 10%, im Triäthylphosphat verbleiben. Bei Wiederverwendung des Lösungsmittels für eine erneute Ausschüttelung werden nochmals 10% Phenole und 20% Rückstandsöle aufgenommen, von denen wiederum nur ein Teil bei der Regeneration abgetrieben werden kann. Es leuchtet ein, daß nach wenigen Arbeitsgängen das Lösungsmittel derart mit hochsiedenden Stoffen angereichert worden ist, daß von einer guten Extraktionswirkung nicht mehr gesprochen werden kann. Das Triphos-Verfahren ist daher nur bei solchen phenolhaltigen Wässern anwendbar, die nicht zu viel hochsiedende Begleitstoffe enthalten. Dies ist, wie Abb. 8 zeigt, im allgemeinen bei Hydrier- und Kokereiwässern der Fall.

Führt man den soeben beschriebenen Versuch unter Anwendung von Phenosolvan als Lösungsmittel durch, so ergeben sich auch bei vielfacher Wiederverwendung keine Schwierigkeiten, da das Lösungsmittel aus dem Phenolextrakt abdestilliert und in wässriger Form zurückgewonnen wird. Die hochsiedenden Begleitstoffe des Wassers (im wesentlichen zweiwertige Phenole und Alkylphenole) verbleiben im Rohphenol und können aus diesem destillativ (als Rückstand) abgetrennt werden. Sie stellen einen zusätzlichen Wertstoff dar, der einer wesentlichen Teil der Verfahrenskosten deckt.

Diese Beispiele können leicht um weitere vermehrt werden; die aufgetretenen Enttäuschungen mit Phenolgewinnungsanlagen hatten in vielen Fällen ihre Ursache in einer mangelhaften Kenntnis der analytischen Zusammensetzung der Phenolwässer. Manche Stoffgruppen, die von größtem Einfluß auf das Verhalten des Wassers in den Anlagen sind, konnten nach den älteren Analysemethoden überhaupt nicht erkannt werden.

Diese Unsicherheit kann heute als überwunden gelten. Es besteht nach Auswertung der umfassenden Erfahrungen der letzten Jahre eine so große Sicherheit in der Beurteilung der Anwendungsmöglichkeiten für die einzelnen Verfahren, daß wirtschaftliche Rückschläge vermieden werden können.

**Phenolgewinnung aus Ölen nach dem Phenosolvanverfahren**

In Schwel- und Hydrierwerken fallen neben phenolhaltigen Wässern auch phenolhaltige Öle an. Meist enthalten die Öle ebenso viel Carbolsäure wie die Wasser, während der Gehalt an höhersiedenden sauren Ölen

Öel- und Kohle  
Nr. 19. 15. Mai 1942

sogar ein Mehrfaches der im Wasser enthaltenen Menge betragen kann. Da beim Phenosolvan-Verfahren die Betriebskosten für die Entphenolung nahezu unabhängig vom Phenolgehalt der Wasser sind, kann die Wirtschaftlichkeit des Verfahrens erheblich verbessert werden, wenn es gelingt, den Phenolgehalt des Wassers durch Extraktion der Ölphenole zu erhöhen. Normalerweise stehen die Phenolgehalte der Öle und des Wassers im Gleichgewicht.

Schneidet man aber aus den Phenolölen z. B. Mittelölen der Spülgasschwelung oder auch im Betrieb der Waschlösungsddestillation dieser Anlagen eine geeignete Phenolfraktion (z. B. 150° bis 210° siedend) heraus und bringt sie mit dem auf 70° bis 90° vorerhitzten Schwelwasser in Berührung, so werden bei geeignetem Verhältnis Öl:Wasser mehr als die Hälfte der Kresole und über 90% der Carbonsäure extrahiert. Man erreicht durch diese Vorbehandlung des Wassers bei mehrstufiger Gegenstromextraktion eine Erhöhung des Gehaltes an verwertbaren Phenolen je nach der zur Verfügung stehenden Ölfraktion um etwa 70 bis 200%. Entsprechend steigt auch die Phenolproduktion der Anlage, ohne daß die Betriebskosten nennenswert zunehmen.

Nach Durchführung von halbtechnischen Versuchen befinden sich mehrere Großanlagen zur Verarbeitung von Schwel- und Hydrierwasser im Bau. Abb. 9 zeigt das Apparatschema einer solchen Anlage. Gegenüber Abb. 6 unterscheidet sich das Verfahren lediglich darin, daß das Rohwasser nach Aufheizung auf 70° bis 90° in einer zweistufigen Mischanlage mit einer Schwel- oder Hydrierölfraktion behandelt wird, bevor es in die eigentliche Phenosolvan-Anlage, die mit dem Begastungsturm beginnt, eintritt. Inzwischen ist mit dem Bau weiterer Großanlagen begonnen worden, deren Kapazität die gesamte bisherige Phenolproduktion aus Abwässern übertrifft.

#### Wirkungsgrad und Betriebskosten des Phenosolvanverfahrens

Das Abwasser einer Phenosolvan-Anlage enthält nur 0,1 bis 0,2 g Phenol/l, dies entspricht bei Schwelwässern mit einem Phenolgehalt von 7 g/l einer Ausbeute von 97 bis 98%. Die Rohphenolproduktion ist meist erheblich größer als nach dem analytisch ermittelten Phenolgehalt zu erwarten ist. Dies hängt damit zusammen, daß die heute üblichen Phenolbestimmungsmethoden nur die sog. wasserdampf-flüchtigen, d. h. die bis etwa 230° siedenden Phenole erfassen, während durch Phenosolvan auch die über 230° siedenden sauren Öle (vgl. Abb. 8) extrahiert werden. Das Abwasser von Phenosolvan-Anlagen ist aber nicht nur frei von Phenolen, sondern auch von Ketonen und ähnlichen wasserdampf-flüchtigen Stoffen, da diese bereits beim Gang des Verfahrens abdestillieren. Dagegen verbleiben Fettsäuren im Abwasser, da sie an Ammoniak gebunden vorliegen und infolgedessen nicht mitextrahiert werden können. Soweit das Abwasser einer Phenosolvan-Anlage mit

anderen Werksabwässern ausreichend verdünnt werden kann, bestehen keine Bedenken, es direkt in die Flußläufe zu leiten. Will man die im Abwasser noch vorhandenen organischen Stoffe restlos abbauen, so empfiehlt sich die Anwendung einer biologischen Nachreinigung. Im Ruhrgebiet hat sich hierbei das Arbeiten mit Fäkaltschlamm durchgesetzt, während die Schwelwerke das Magdeburger P-Verfahren bevorzugen. Die Untersuchung verschiedener, nach dem Phenosolvan-Verfahren entphenolter Wässer durch das Flußwasseruntersuchungsamt Magdeburg hat ergeben, daß deren biologische Reinigung leichter und mit geringerem Aufwand gelingt, als es bei den Abwässern anderer im Bereich der Schwel- und Hydrierwerke verwendeter Verfahren möglich ist. Die Betriebskosten des Phenosolvan-Verfahrens setzen sich folgendermaßen zusammen:

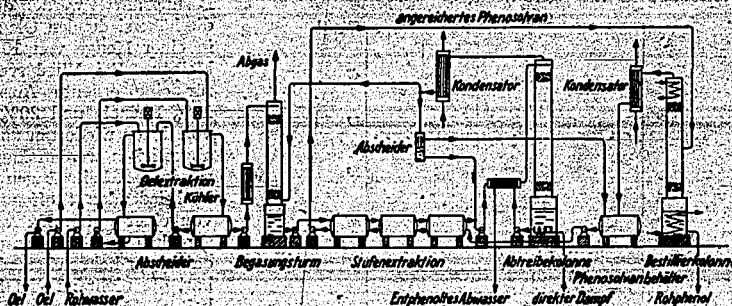


Abb. 9. Phenosolvananlage zur Phenolgewinnung aus Wässern und Ölen

Für die Rückgewinnung des Lösungsmittels aus dem extrahierten Abwasser und aus dem Extrakt wird teilweise Druckdampf und zum Teil Abdampf benötigt. Bei Anwendung des Verfahrens zur kombinierten Öl- und Wasser-Entphenolung ist zusätzlich Abdampf zur Erwärmung des Wassers auf 70° bis 90° erforderlich. Der Dampfverbrauch für das kombinierte Verfahren beträgt im letzteren Falle 0,18 t/m<sup>3</sup> Wasser. Der Kraftverbrauch für den Antrieb von Misch- und Förderpumpen liegt bei 3 kWh/m<sup>3</sup> Wasser.

Der Lösemittelverbrauch beträgt bei normalem Schwel- oder Hydrierwasser etwa 150 bis 250 g/m<sup>3</sup> Wasser.

Die Bedienung kann bei Klein-Anlagen nebenher übernommen werden, bei größeren Anlagen genügen zwei Mann je Schicht.

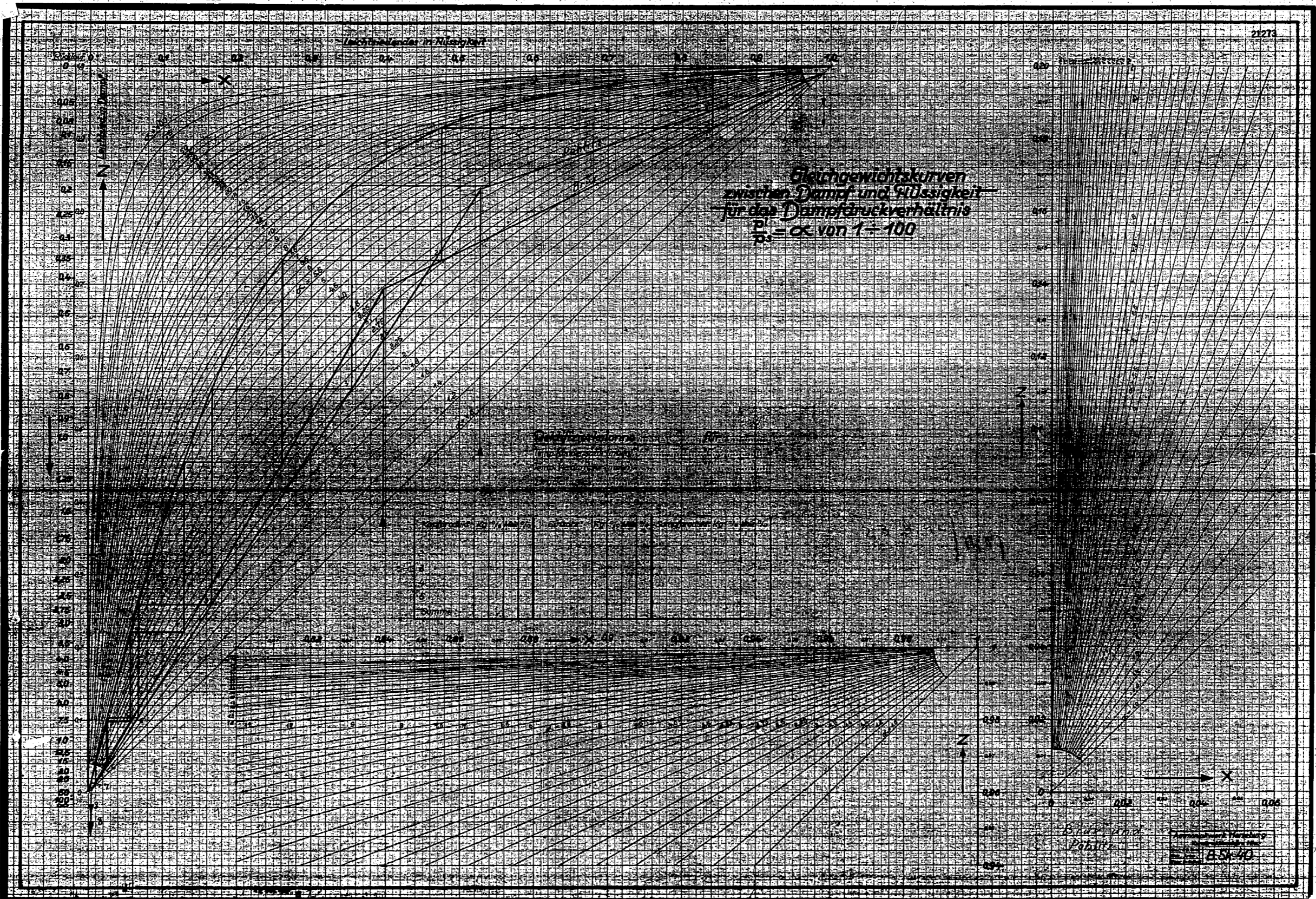
Bei einem Phenolgehalt von 4 g/l, der bei Schwelwässern meist überschritten wird, deckt der Erlös aus dem Phenol-Kapitaldienst und den Betriebskosten größere Anlagen von 500 m<sup>3</sup> Tagesdurchsatz und darüber lassen sich meist kurzfristig amortisieren. Dieser Fall liegt insbesondere bei Abwässern der Spülgasschwelung vor, wenn gleichzeitig eine Ölextraktion durchgeführt werden kann.

#### Zusammenfassung

Nach Beschreibung der bisherigen Verfahren zur Vernichtung oder Gewinnung der Phenole aus Abwässern wurde über die Entwicklung und den neuesten Stand des Phenosolvan-Verfahrens berichtet, welches auf dem Prinzip der Extraktion mit organischen Estern beruht. Es erlaubt in seiner letzten Ausführungsform die gleichzeitige Phenolgewinnung aus Wässern und Ölen und erreicht hierdurch eine besonders gute Wirtschaftlichkeit.

Öst. und. Kohle  
Nr. 15. Mai 1943





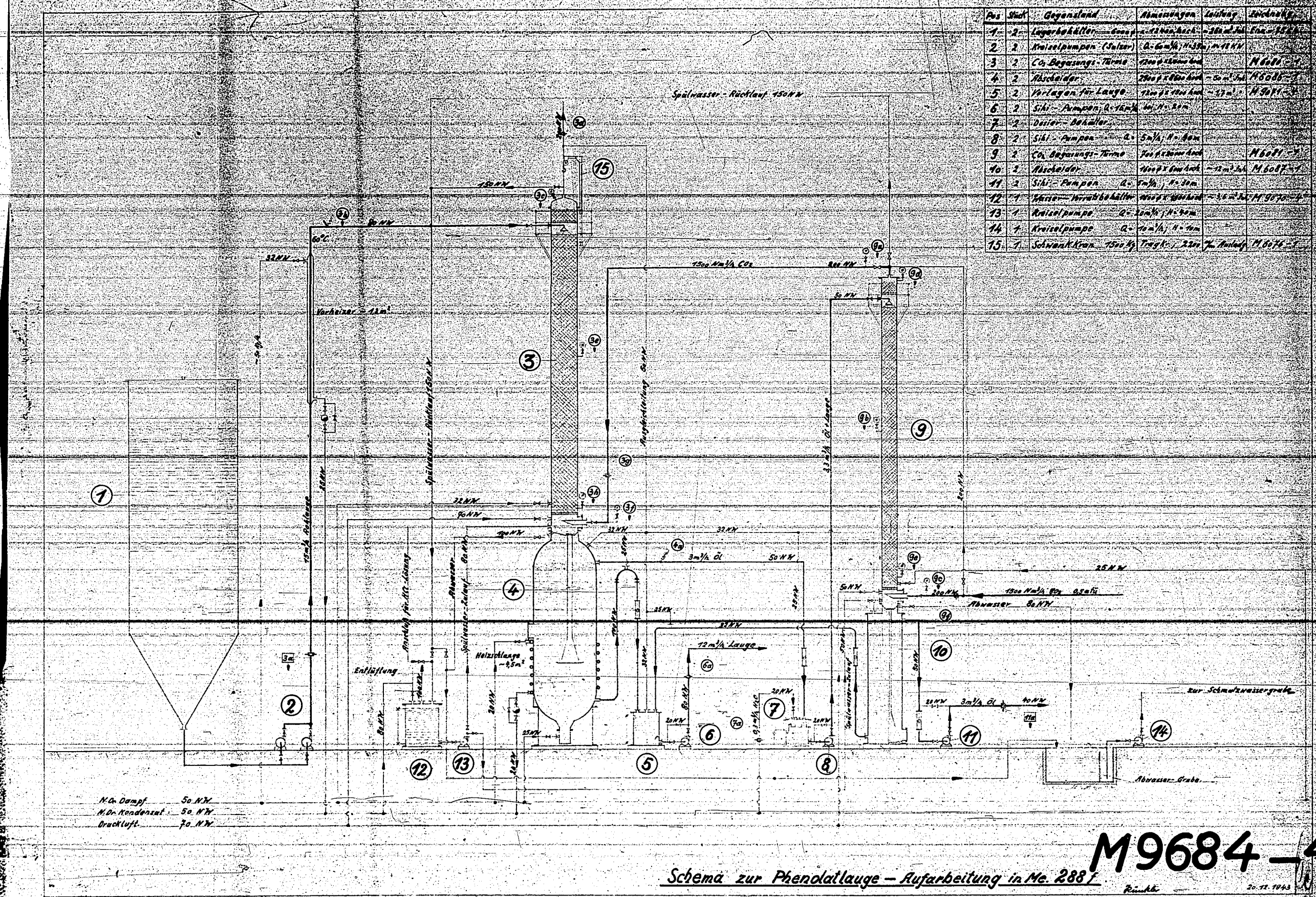
POOR COPY 40

Distillation

M-4

1





Pos	Stück	Gegenstand	Abmessungen	Leistung	Bezeichnung
1	2	Lagerbehälter	6000 x 12000 mm	300 m³	M 6000
2	2	Kreiselpumpen (Jahres)	Q = 60 m³/h; H = 30 m	11 kW	
3	2	Ca-Begasungs-Türme	1500 x 1500 mm		M 6000
4	2	Abscheider	2000 x 1500 mm	10 m³/h	M 6000
5	2	Verlagern für Lauge	1500 x 1500 mm	10 m³/h	M 6000
6	2	Sihl-Pumpen	Q = 10 m³/h; H = 30 m		
7	2	Destill-Behälter	1500 x 1500 mm		
8	2	Sihl-Pumpen	Q = 5 m³/h; H = 30 m		
9	2	Ca-Begasungs-Türme	1500 x 1500 mm		M 6000
10	2	Abscheider	1500 x 1500 mm	10 m³/h	M 6000
11	2	Sihl-Pumpen	Q = 5 m³/h; H = 30 m		
12	1	Wasser-Vorratsbehälter	1500 x 1500 mm		M 6000
13	1	Kreiselpumpe	Q = 10 m³/h; H = 30 m		
14	1	Kreiselpumpe	Q = 10 m³/h; H = 30 m		
15	1	Schwachstrom	1500 kg	Tragkraft: 2200 kg	M 6000

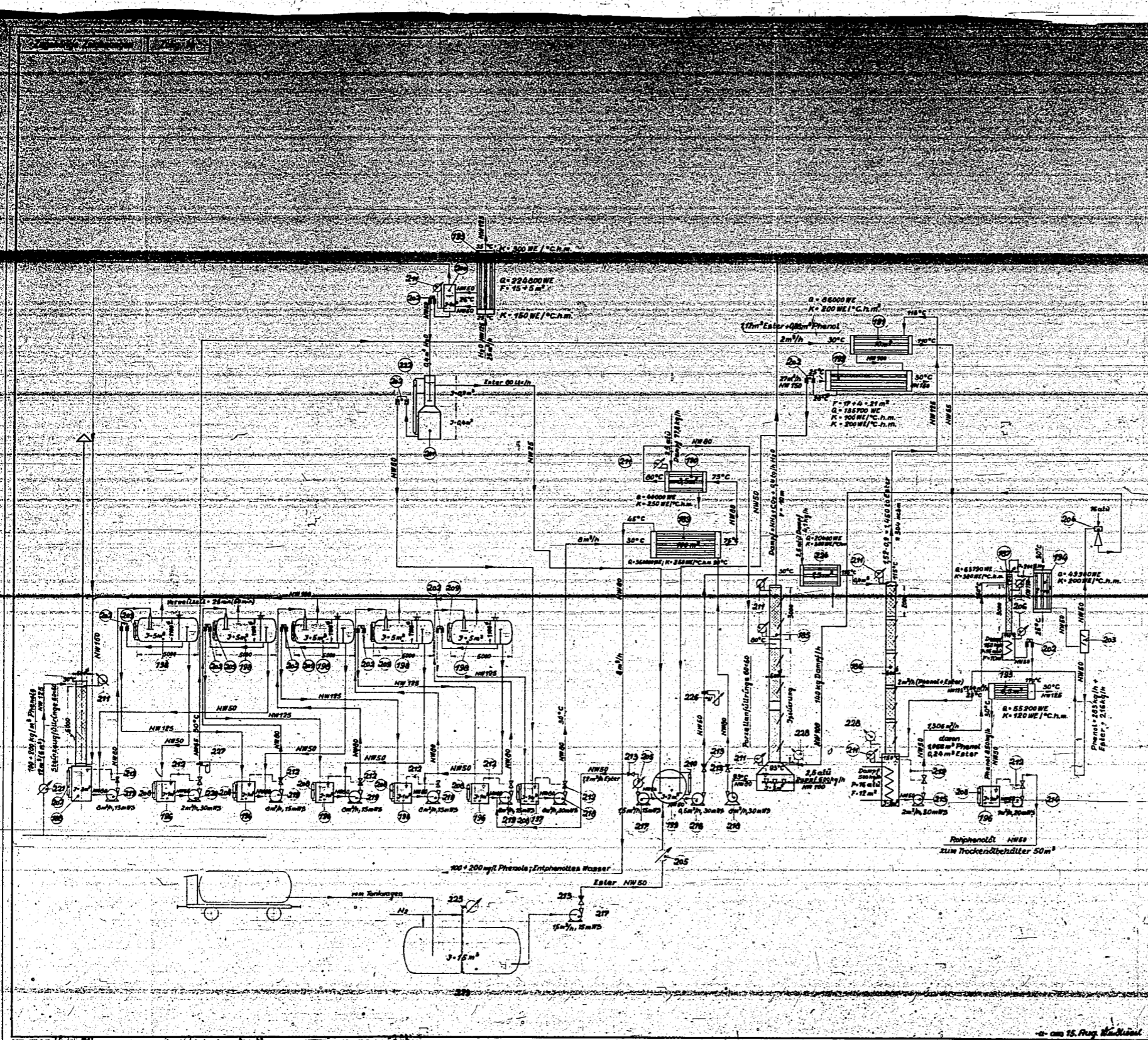
N.O. Dampf 50 N.W.  
 N.O. Kondensat 50 N.W.  
 Druckluft 70 N.W.

Schema zur Phenolatlauge - Aufarbeitung in Me. 2887

M9684-4

R. A. K. 20.11.1943





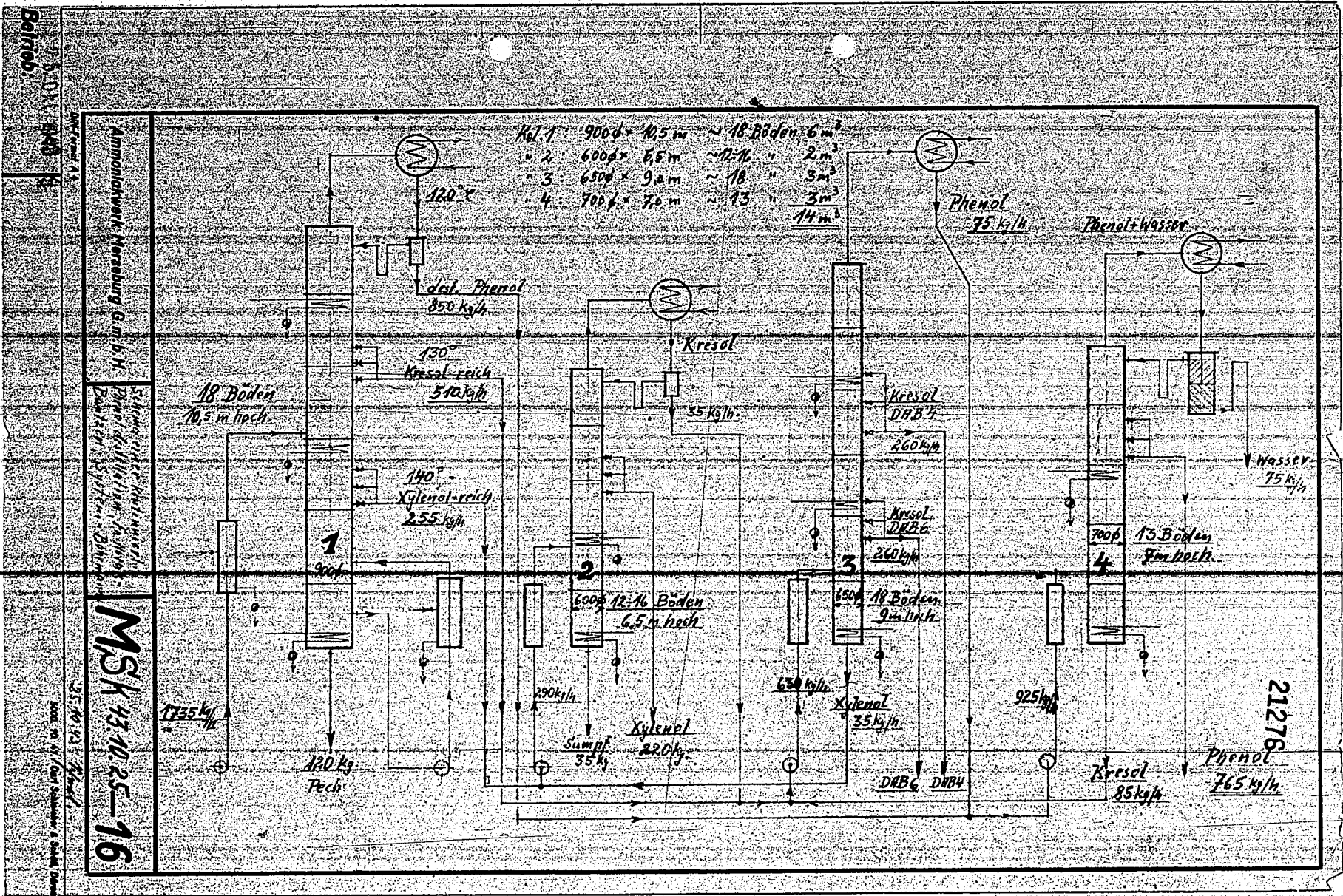
226	Manometer mit Alarm	2
227	Meßscheibe mit U-Rohr	1
228	Meßscheibe mit Reg.-Wange	1
225	Phenol-Flüssigstandanzeig.	1
224	Estereinschneidapparat	1 F=1,5m <sup>2</sup>
223	Haupttank für Ester	1 J=15m <sup>3</sup>
222	Schauglas z. Scheideflasche	1
221	Ovalradzähler 12m <sup>3</sup> (6m <sup>3</sup> )	1
220	Pumpe 2m <sup>3</sup> /h, 30mWS	1
219	Pumpe 8m <sup>3</sup> /h, 15mWS	5
218	Pumpe 8m <sup>3</sup> /h, 30mWS	2
217	Pumpe 15m <sup>3</sup> /h, 15mWS	2
216	Pumpe 0,5m <sup>3</sup> /h, 30mWS	1
215	Pumpe 2m <sup>3</sup> /h, 30mWS	1
214	Pumpe 1m <sup>3</sup> /h, 20mWS	1
213	Ventil	5
212	Rotom. Ventil	10
211	Thermoelement	8
210	Schauglas Ester-Behälter	1
209	Schauglasf. Absitzgefäß	5
208	Schauglasf. Saugtopf	2
207	Schauglasf. Entgasungs-Kol.	1
206	Vakuummeter mit Alarm	2
205	Ovalradzähler 1,5m <sup>3</sup>	2
204	Dampfstrahler	1 P=16ald
203	Abscheider	1
202	Überlaufrohr	9
201	Scheideflasche	1 J=0,6m <sup>3</sup>
200	Sammelbehälter	1 J=1m <sup>3</sup>
199	Ester-Behälter	1 J=2m <sup>3</sup>
198	Absitzgefäß	5 J=5m <sup>3</sup>
197	Saugtopf am Ende	1 J=1m <sup>3</sup>
196	Saugtopf	6 J=1m <sup>3</sup>
195	Phenol-Kühler	1 F=6,5m <sup>2</sup>
194	Kondensatorf. Vakuum-Kolonne	1 F=2m <sup>2</sup>
193	Kond.u.Kühler z. Abtreibe-Kol.	1 F=20m <sup>2</sup>
192	Kond.u.Kühler z. Wärmeaustausch.	1 F=21m <sup>2</sup>
191	Wärmeaustauscherf. Phenol-Est.	1 F=10m <sup>2</sup>
190	Spitzenaufheizer	1 F=3,5m <sup>2</sup>
189	Wärmeaustauscher	1 F=100m <sup>2</sup>
188	Entgasungs-Kolonne	1
187	Vakuum-Kolonne	1
186	Phenol-Ester-Kolonne	1
185	Abtreibe-Kolonne	1
Zusatz:		
184 Bemerkung: Phosphor-Zufuhr		

Ammoniakwerk Merseburg G. m. b. H.  
 Maschinenbauteile Abteilung  
**M 9092 d -2**

Schema zur Phenosolvan-Anlage, Durchgang/h = 6 m<sup>3</sup> Phenolhaltiges Wasser

POOR COPY 41





POOR  
 COPY 41



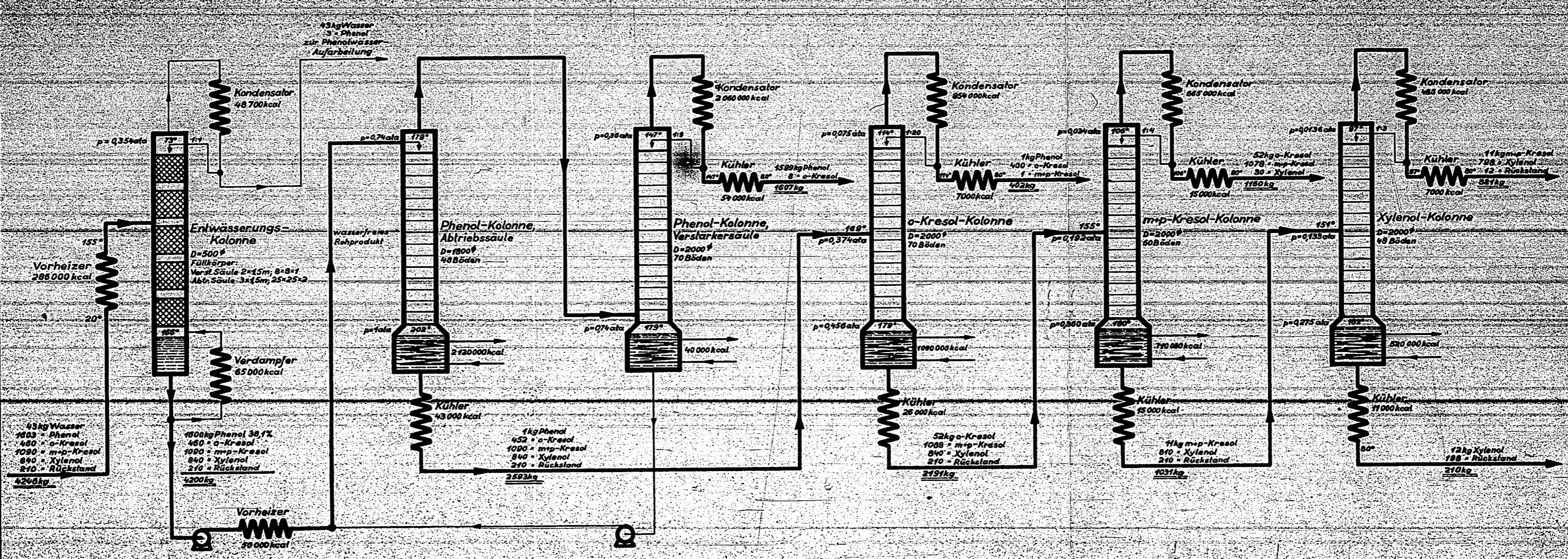
21277

# Phenolzerlegung

## 3000 Moto Einsatz

Fahrweise: Reimhand (902°G)  
a-Kresol rein krist.

Mengen bezogen auf 1 Std.

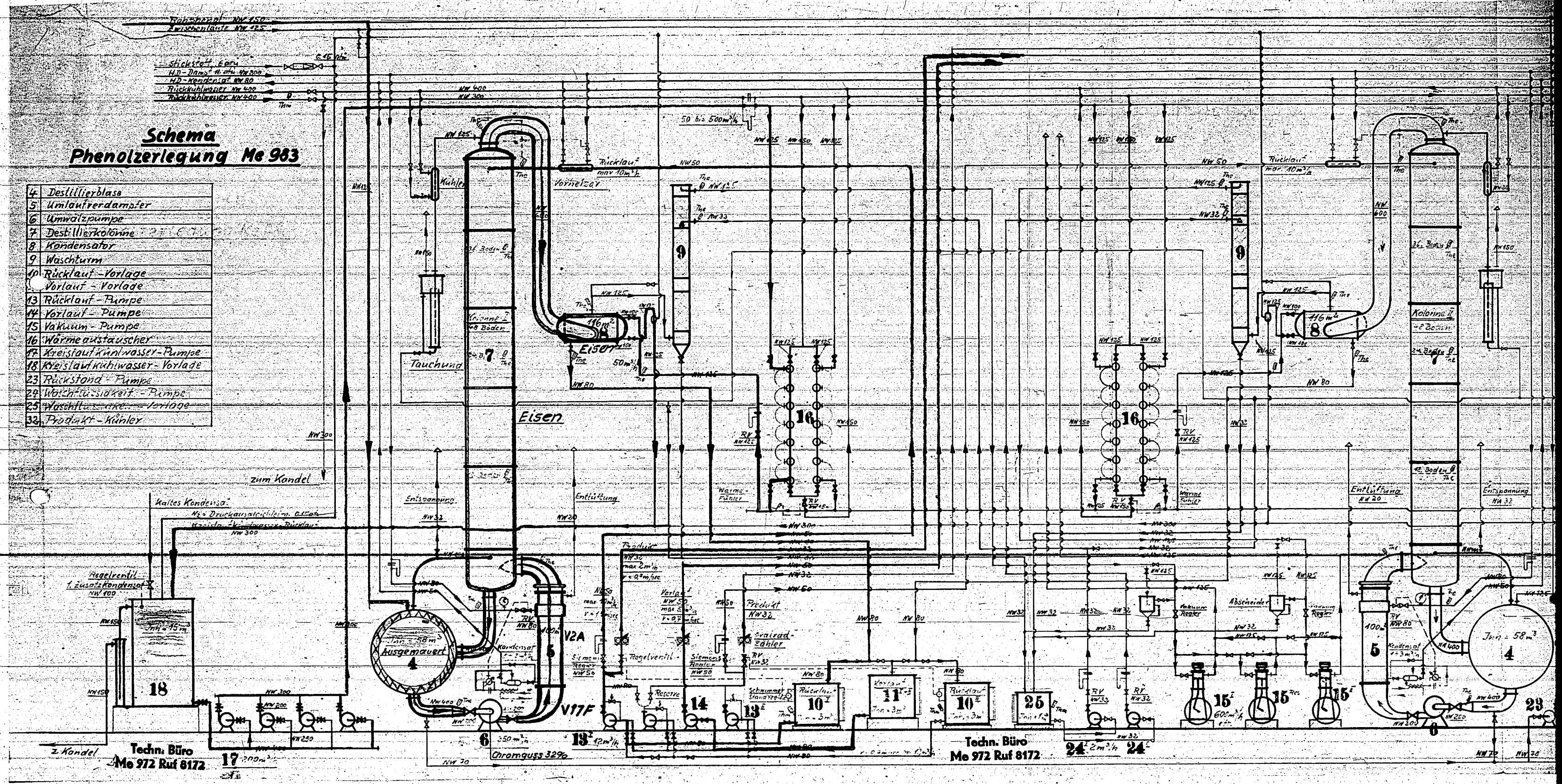


Ammoniakwerk Merseburg  
 Chemisch-Bomben-Werke  
 Dwg. 73.10.43  
 Blatt 1  
 Supr. 10-2  
**B.Sk 80**



**Schema  
Phenolzerlegung Me 983**

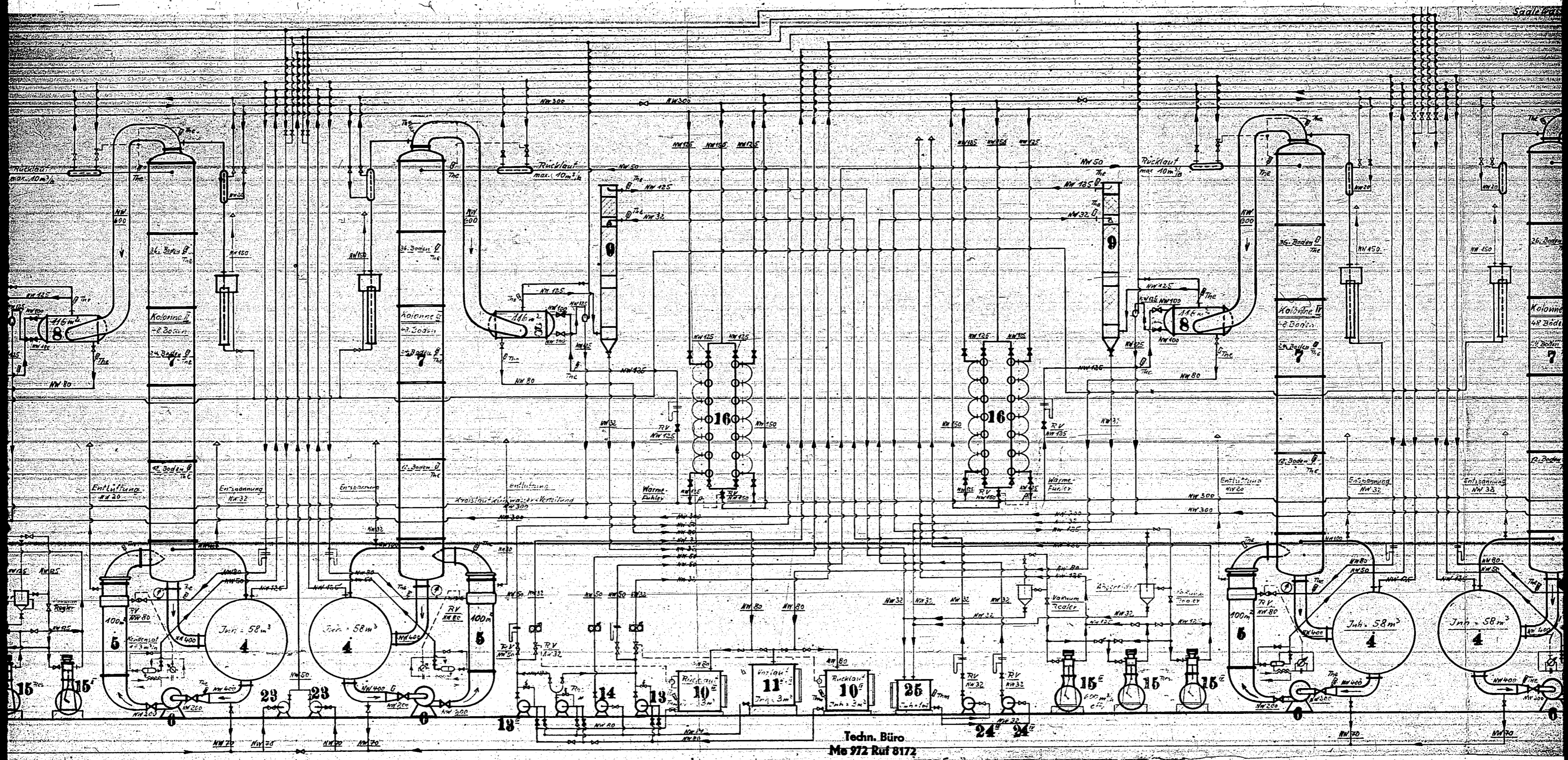
- 4 Destillierblase
- 5 Umlaufverdampfer
- 6 Umlaufpumpe
- 7 Destillierkolonne
- 8 Kondensator
- 9 Waschturm
- 10 Rücklauf-Vorlage
- 11 Vorlauf-Vorlage
- 13 Rücklauf-Pumpe
- 14 Vorlauf-Pumpe
- 15 Vakuum-Pumpe
- 16 Wärmeaustauscher
- 17 Kreislauf-Kühlwasser-Pumpe
- 18 Kreislauf-Kühlwasser-Vorlage
- 23 Rückstand-Pumpe
- 24 Wäschflüssigkeit-Vorlage
- 25 Wäschflüssigkeit-Vorlage
- 32 Produkt-Kühler



Techn. Büro  
Me 972 Ruf 8172

Techn. Büro  
Me 972 Ruf 8172



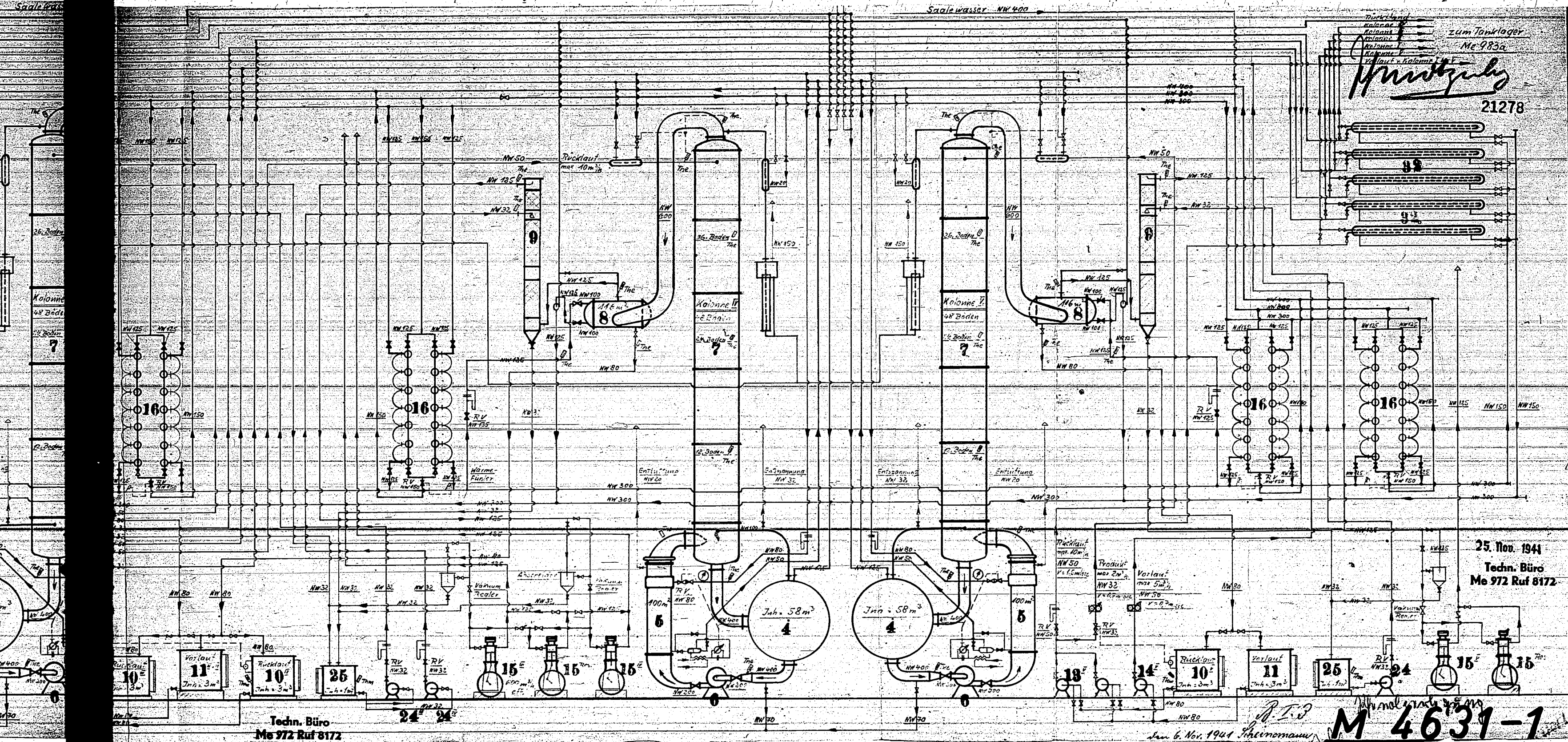


Techn. Büro  
Me 972 Ruf 8172

POOR COPY 41



Spalte



zum Tanklager  
 Me 983a  
 21278

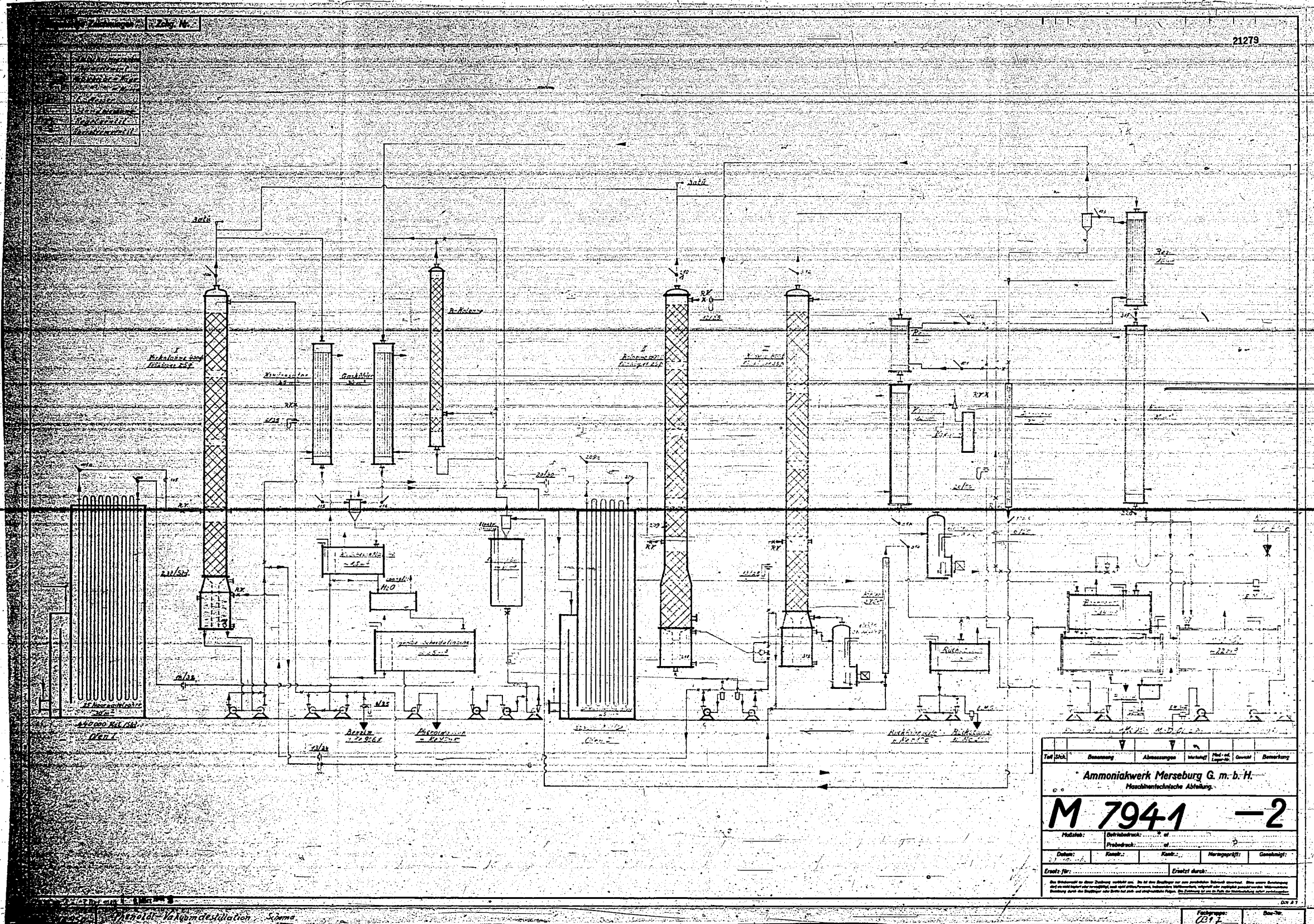
25. Nov. 1941  
 Techn. Büro  
 Me 972 Ruf 8172

Techn. Büro  
 Me 972 Ruf 8172

Jan. 6. Nov. 1941  
 M 4631-1

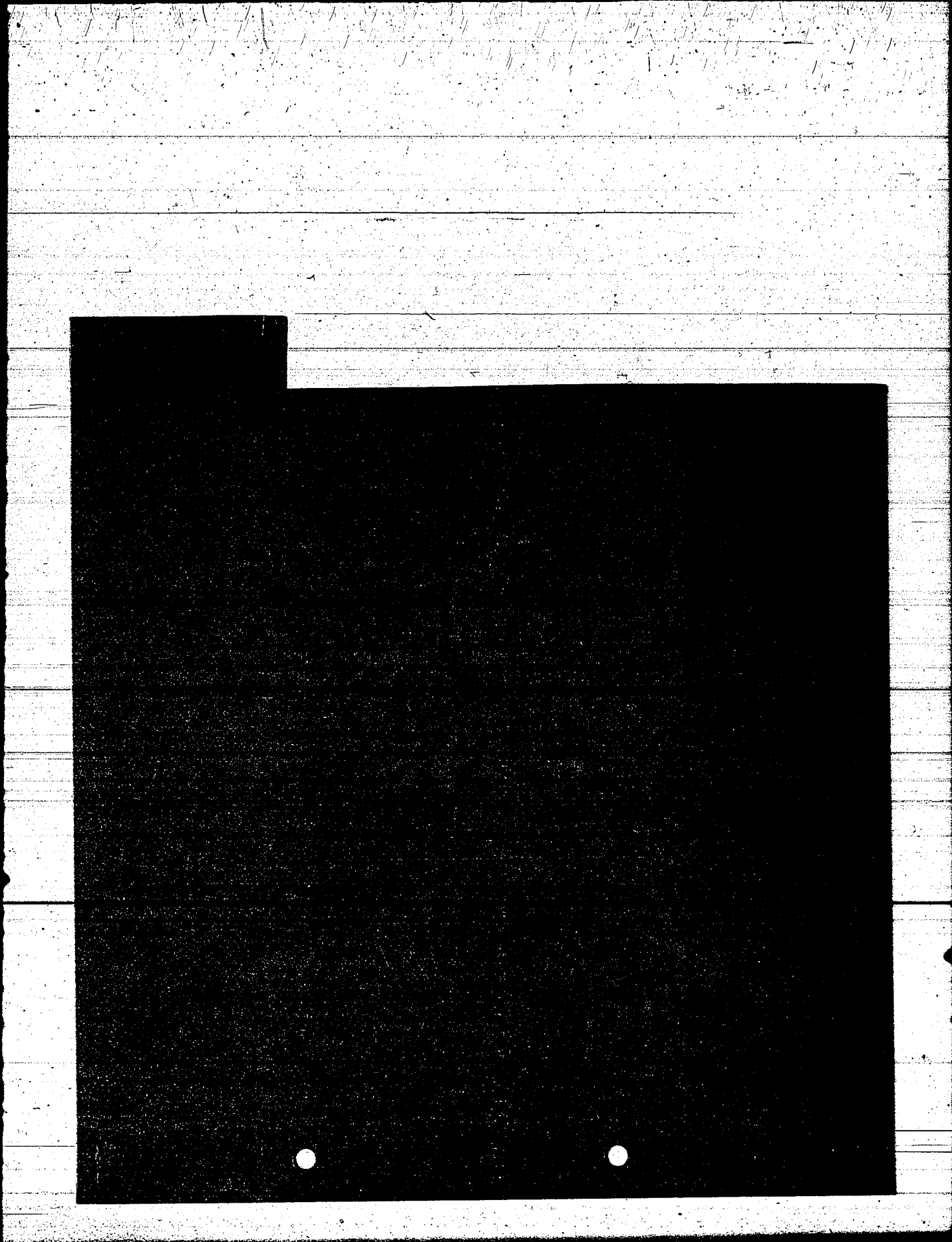
POOR COPY 41





POOR COPY 41







21281

97

Dag. Wolf

Leuna, Leuna, den 29.12.1943 Sch.

## A K T E N A C T I E

Betr.: Besprechung über den weiteren Ausbau der Phenoldestillation  
in Nr. 992 und Nr. 983 am 25.12.1943

Anwesende: die Herren: Obering. Keinke  
Obering. Dr. Sachmann  
Dr. Korn  
Dr. Orlicek  
Dr. Harasoun  
Dr. Schöngen  
Dag. Wolf

## 1. Kontinuierliche Vordestillation in Nr. 992

Zur kontinuierlichen Gewinnung des Phenolsolvan-Extrakts (2000 t/ato) in ein p-Resorcin-freies Kopfprodukt und in ein Phenol-freies Sumpfprodukt, soll in Nr. 992 eine Gaskolonne 2000 NW mit 20 Glockenböden aufgestellt werden. Dafür wird eine Heckmann-Kolonne, wie bereits in Nr. 983 vorhanden, bestellt, jedoch nur 2. Schüsse mit je 10 Böden. Die Kolonne kommt im Mittelfeld von Nr. 992 anstelle der früheren Blase 2 zur Aufstellung. Auf Vorschlag von Herrn Dr. Sachmann soll als Zwischenheizung zur Erreichung der erforderlichen Dampf-Temperatur von 195 G 15 atü Dampf über ein Strömungsverdampfer in das Niederdrucknetz gespannt werden, wobei dem Dampf seine Überhitzungswärme entzogen wird. Die Wirtschaftlichkeit der späteren Verwendung von entspanntem Hochdruckdampf, Betriebsdruck 30 atü, oder die der Verwendung einer Vorkompresse (30 t/h bei 30 atü) wird von Herrn Obering. Keinke noch festgestellt. Nach den bisherigen überschlägigen Berechnungen von Herrn Obering. Keinke soll die Verwendung einer Hochdruckdampfleitung nach Nr. 992 am wirtschaftlichsten und billigsten sein.

## 2. Vorschritt-Kolonne

Die von Ausschuss an uns abgetretene Gaskolonne 2000 NW mit 48 Glockenböden soll für die diskontinuierliche Zerlegung bzw. für die Vordestillation von Phenolblei eingesetzt werden und somit, wie bisher geplant, in Nr. 983 zur Aufstellung.

## 3. Kontinuierliche Zerlegung Nr. 983

Die bisherige Untersuchung von Herrn Dr. Orlicek zur Darstellung der diskontinuierlichen Zerlegung auf kontinuierliche, unter Verwendung der verbleibenden Kolonnen blieben nach wenig Anreiz für einen entsprechenden Ausbau, da mit dieser Umstellung keine Kapazitätserweiterung gegenüber der bisherigen diskontinuierlichen Verfahren (3000 t/ato) verbunden ist.

Auf Vorschlag von Herrn Dr. Korn wird deshalb Herr Dr. Orlicek noch eine kontinuierliche Zerlegung mit nur 3 hintereinander geschalteten Kolonnen von 2000 NW untersuchen, wobei das Sumpfprodukt der ersten Kolonne nur 1 - 2% Phenole enthalten soll. Die dem Kopf der ersten Kolonne nachgeschaltete zweite Kolonne soll als Kopfprodukt Reihphenol und als Sumpfprodukt o-Kresol liefern.

Dag.

POOR  
COPY

41



21282

wobei das o-Kresol der Gasphase zu entnehmen ist, um ein helles Produkt zu erhalten. Der Sumpf dieser Kolonne wird in 1 zurückgeführt. Das phenolfreie Sumpfprodukt der ersten Kolonne geht in eine nachgeschaltete dritte Kolonne, die als Kopfprodukt D A B 4 und als Sumpfprodukt Xylenzol und Höher siedendes liefern soll.

Nach Abschluß dieser Arbeiten wird Herr Dr. Orlicek seine Untersuchungen in einem Bericht zusammenfassen

Verteiler :

Herrn Obering. Dr. Havemann  
" Obering. Keinke  
" Dr. Korn  
" Dr. Orlicek  
" Dr. Havemann  
" DI. Söhngen  
" Ing. Wolf  
Akten No 22  
T.

*Hoy*

FR

und

Z

über

in

in:

Herr  
Dr.  
Ober  
Dipl

Betrifft

DR/E

Zweck  
aufg  
Lüft  
maß  
neh  
fahr  
in M  
hin  
jedoc  
nung  
weil  
für  
soll  
Ange

Korre

1. Ex  
Di  
mi  
an  
ni  
Ko  
an
2. NI  
Di  
tu  
sp  
vs  
tr  
ge

L10354

POOR COPY 41



**FRIEDRICH UHDE**

Ingenieur-Büro  
und Fabrik für chem. Apparate  
Zweigbüro Leuna Werke

**Aktennotiz**

über die Besichtigung mit  
Winterhall A.-G. in Lützkendorf

Lützkendorf 29.10.43

in: am: die Herren

Dr. Rothmann von Winterhall  
Dr. Metzger von AWN  
Obering. Dr. Blauhut } Uhde-Leuna  
Dipl.-Ing. Brigl }

Verfasser: 21283 97

Dipl.-Ing. Brigl

Durchdruck an: die Herren:

Obering. Dr. Blauhut  
Dipl.-Ing. Brigl  
Dir. Dr. Henkel  
Dir. Dr. Henning  
Obering. Reinke ✓ Ngw  
Dr. Metzger  
Dr. Ober 2 x  
Obering. Dr. Sackmann  
Dipl.-Ing. Schröder  
Dr. Wyszomirski/Dr. Büniger  
Dr. Zorn  
2 x Arten

Zeichen: Tag:

Bgl/Si. 1.11.43

Betreff:

**DR/Nb-Ph**

Zweck des Besuches war, eingehende Erkundigungen über etwa aufgetretene Korrosionen innerhalb der Phenolextraktionsanlage Lützkendorf einzuziehen und ausserdem soweit wie möglich Wärmübergangszahlen für flüssiges Phenol, kondensierendes Phenol, verdampfendes Phenol und für Phenol-Öl-Gemische in Erfahrung zu bringen. Über den zweiten Punkt liegen Messungen in Lützkendorf nicht vor, sodass bei der Planung auch weiterhin die üblichen Werte eingesetzt werden müssen. Soviel steht jedoch fest, das die bei der Anlage Lützkendorf der Berechnung zugrundegelegten K-Werte nicht unterschritten wurden, weil der Durchsatz gehalten worden ist. Lediglich der Kühler für Absorptionsöl "C 6 III" (entsprechend dem Apparat "K 1" DR/Nb-Ph) soll zu klein sein. Sehr aufschlussreich waren dagegen die Angaben über beobachtete Korrosionen.

Korrosionen wurden vor allem an folgenden Stellen beobachtet:

1. Extrakt-Strip-Kolonne "E 5" (in DR/Nb-Ph "K4").  
Die Kolonne arbeitet unter einem Druck von 3,5 atü, treibt mit Wasserdampf Phenolreste, die im Extrakt enthalten sind, aus. Die Temperaturen im Sumpf liegen bei etwa 300°C, diejenigen des Kopfes bei etwa 200°C. Beobachtet wurden starke Korrosionen im Sumpf-Teil. Es ist jedoch anzunehmen, das auch die anderen Teile der Kolonne angegriffen sind.
2. Niederdruck-Phenolverdampfer "E 4" (entspr. DR/Nb-Ph "K 5")  
Dieser Apparat arbeitet bei wesentlich niedrigeren Temperaturen als in Fressburg und auch in Mopsbierbaum, wo entsprechend der abweichenden Schaltung eine höhere Temperatur vorgesehen ist. Er wird mit einer Lösung von Extrakt-Öl und trockenem Phenol beschickt. Es sind ungleichmässige Abtragungen beobachtet worden.

L/0354

POOR  
COPY 41



3. Die Leitungen für das Extrakt-Phenol-Gemisch mit einer Temperatur von ca. 200° zwischen einem Wärmeaustauscher und dem vorerwähnten Niederdruck-Phenolverdampfer wurden stark angegriffen und mussten ausgewechselt werden. Möglicherweise handelt es sich aber mehr um Erosionserscheinungen oder durch Erosion verstärkte Korrosionen, da das durchströmende Extrakt-Phenol-Gemisch zum Teil verdampft ist.
4. Rückfluss-Sammler "P4" für Kopfprodukt der Trocknungskolonie "E5". Das kondensierte Phenol-Wasser-Gemisch, bei einer Temperatur von 104°, hat starke Korrosionen hervorgerufen.
5. Kondensator "C10" für Kopfprodukt der Trocknungskolonie (entspricht bei DR/Mb-Ph "K 0 4"). Dieser Kondensator verflüssigt bei einer Temperatur von etwas über 100°C ein Gemisch aus Phenoldampf und Wasserdampf. Die Bohrung wurde restlos durch Korrosionen zerstört. Die Betriebsverhältnisse sind allerdings sehr ungünstig in sofern, als es nicht ausgeschlossen erscheint, daß das Kühlwasser in den Rohren zeitweise zum Sieden gebracht wird. Bei der vollständigen Zerstörung des Rohrbündels ist es heute nicht mehr möglich festzustellen, ob die Korrosionen von der Phenol-Wasserdampf-Seite oder von der Kühlwasser-Seite aus erfolgten.
6. Bei der Trocknungskolonie "E 5" (DR/Mb-Ph "K 8") sind ebenfalls Korrosionen beobachtet worden.
7. Die Extrakt-Phenol-Pumpe "I 8" entspricht in Moosbierbaum der Sumpf-Umwälzpumpe in der Kolonne "K 3". Die in Eisen ausgeführte Pumpe hat sich in Lützkendorf nicht bewährt, obwohl die Temperatur um ca. 50° niedriger liegen als bei der Anlage Moosbierbaum. Hier ist die Verwendung hochwertigeren Materials nicht zu umgehen.

Zusammenfassend kann gesagt werden, daß Korrosionen in weit grösserem Umfang aufgetreten sind, als bisher bekannt war und daß diese auch dort stattgefunden haben, wo verhältnismässig reine Produkte vorliegen und die Betriebstemperaturen eine Gefährdung des Baustoffes zunächst nicht erwarten ließen.

In der Anlage wurde DAB VI. Phenol als Betriebsmittel eingebracht. Derartiges Phenol dürfte zusammen mit Wasserdampf beim Kondensieren und im flüssigen Zustand (Apparat "C 10 und F 4") entsprechend den Laborversuchen bei Temperaturen von etwa 100° zu keinen Korrosionen führen. Der Widerspruch erklärt sich wohl dadurch, daß im Verlauf des Betriebes das zunächst reine Phenol aus dem zu behandelnden Cl Stoffe aufnimmt, welche die Korrosionen stark begünstigen.

Es darf nicht ausser Acht gelassen werden, daß die obige Aufstellung nur jene Korrosionsfälle umfasst, welche infolge Undichtwerden der Apparate während des Betriebes erkannt worden sind. Herr Dr. Neumann vertritt die Ansicht, daß die tatsächlichen Korrosionen weit umfangreicher sind und nimmt z.B. an, daß im Inneren der Kolonne, starke

Blatt 5 zur Aktennotiz vom 1.11.43

Zerstörungen vorliegen. Ein Befahren der Apparate war jedoch bis jetzt unmöglich gewesen, da der laufende Betrieb nicht unterbrochen werden soll.

Herr Dr. Neumann empfiehlt an den vorgenannten Stellen V2A als Baustoff oder wenigstens in Form einer Auskleidung zu verwenden. V2A hat sich gut bewährt und wurde z.B. als Ersatz für korrodierte Eisenleitungen mit Erfolg eingebaut. Es erscheint jedoch fraglich, ob unter den heutigen Verhältnissen eine derartig weitgehende Verwendung von V2A tragbar ist, nachdem auf Grund der Lützkendorfer Erfahrungen erwartet werden darf, daß die Anlage auch bei Ausführung in Eisen (wie in Lützkendorf) die gleiche, nur durch wenige Störungen unterbrochene Betriebszeit (2 Jahre) erreichen wird. Voraussetzung ist allerdings, daß das in Moosbierbaum zu verarbeitende Öl die Korrosionen nicht mehr begünstigt, als das Ausgangsprodukt der Lützkendorf-Anlage. Herr Dr. Neumann empfiehlt für die Phenol-Wasser-Pumpen unter allen Umständen V2A zu verwenden.

Mit der Abdichtung der Apparate, Pumpen, Stopfbüchsen usw. hatte Lützkendorf zunächst erhebliche Schwierigkeiten, welche heute weitgehend durch zusätzliche Anwendung von Minolit-Kitt behoben sind. Als Dichtungsmaterial an Apparaten und Leitungen hat sich die Gütze-Wellringdichtung aus Weichblei mit Asbesteinlage bewährt, ebenso auch gutes Klingerit. Dr. Neumann empfiehlt jedoch vor Einbau des Klingerits dasselbe einer Siedeprobe im Labor zu unterwerfen und weiterhin kein Material zu verwenden, welches einen Glühverlust über 40% aufweist. Als Packungen für die Stopfbüchsen haben sich normale Hochdruck-Packungen bewährt, dagegen versagte die Burgmann-Säurepackung.

Eine Verunreinigung der Endprodukte durch Korrosionsprodukte wurde in Lützkendorf nicht beobachtet. Nachdem jedoch in Lützkendorf das Raffinat einer Kleicherdebehandlung unterworfen wird, interessiert die Qualität des Raffinats beim Austritt aus der Extraktionsanlage weit weniger als in Moosbierbaum. Es fehlen nach Angaben von Herrn Dr. Neumann Unterlagen hierüber. Lützkendorf beschränkte sich vielmehr auf die Überwachung des Raffinats nach der Kleicherdebehandlung.

In dem Wärmeaustauscher "C o 4" (Raffinatlösung aus Extraktionskolonne - reines Raffinat) wurde auf der Raffinatlösungsseite ein schmieriger schwarzer Niederschlag festgestellt, dessen Zusammensetzung unbekannt ist. Seine Entfernung bereitete größere Schwierigkeiten.



~~Attko~~

Phenol 21286  
9.7

Dipl.-Ing. Brigl

die Herren

- Obering. Dr. Blauhat
- Dipl.-Ing. Brigl
- Dir. Dr. Henkel
- Dir. Dr. Henning
- Obering. Hatter
- Obering. Keinke ✓
- Dr. Metzger
- Dr. Ober 2x
- Obering. Dr. Sackmann
- Dipl.-Ing. Schröder
- Dr. Wyszomirski/Dr. Binger
- Dr. Zorn
- 2 x Akten

Leuna 13.9.43

die Herren

- Dr. Wyszomirski
- Dr. Binger
- Dr. Zorn (seitw.)
- Dipl.-Ing. Brigl

Bgl/Si. 2.10.43

DR/Mb - Ph - Materialien für Phenolextraktion - Nachtrag zur Aktennotiz vom 14.9.43

Herr Dr. Binger bitte den letzten Abschnitt der vorerwähnten Aktennotiz richtigstellen, da dieser seine Ausführungen nicht unmissverständlich wiedergibt. Es müsste richtig heißen:  
 "Bei Gussseisen wurden verschiedentlich, auch bei Phenolen, lokale Zerstörungen beobachtet."

*Handwritten signature*

FRIE  
und Fab  
Zwe

über die  
In:

Anwesen  
Dr. W  
Dr. B  
D.I.

Betrifft:  
DR-M

Die I  
wurde  
Presse  
in de  
entw  
Binger  
in di  
bei I  
noch  
tats  
näch  
kande

Beson  
Wärme  
dampi  
bei  
Halt  
ding  
Werk  
von  
nicht  
schu  
Einbr  
dig  
sämt  
lässe  
werde

L/6394

POOR COPY 41

**FRIEDRICH UHDE**

Ingenieurbüro  
und Fabrik für chem. Apparate  
Zweignbüro Leunawerke

**Aktennotiz**

Über die Besprechung mit:

In: **Leuna** am: **2.9.43**

Anwesend: **die Herren**

**Dr. Wyssomirsky**  
**Dr. Bünger**  
**D.I. Brigl**

Verfasser:

**Dipl.-Ing. Brigl. 21287**

Durchdruck an: **die Herren**

**Obering. Dr. Blauhat**  
**Dipl.-Ing. Brigl**  
**Dir. Dr. Henkel**  
**Dir. Dr. Henning**  
**Obering. Hutter**  
**Obering. Keinke** ✓  
**Dr. Metzger**  
**Dr. Ober 2x**  
**Obering. Dr. Sackmann**  
**Dipl.-Ing. Schröder**  
**Dr. Zorn**  
**2 x Akten**

Zeichen:  
**Bgl/Si.**

Tag:  
**4.9.43**

Betrifft:

**DR-Mb/Ph - Material für Phenolextraktion.**

Die Eignung der für die Anlage Pressburg vorgesehenen Materialien wurde durchgesprochen. Dabei stellte sich heraus, daß die für Pressburg verwendeten Materialien nicht auf Grund von Versuchen in der Materialprüfung Leuna bestimmt wurden, sondern mehr entsprechend den Betriebsergebnissen von Lützkendorf. Herr Dr. Bünger verweist darauf, dass er z.B. bereits seinerzeit Zweifel in die Haltbarkeit von V2A bei Temperaturen von 300°C und darüber bei Berührung mit einem Extrakt-Phenol-Gemisch setzte. Er empfiehlt nochmals genau zu prüfen, ob derartig extreme Betriebsverhältnisse tatsächlich in Lützkendorf gefahren werden. Es wären daher zunächst die Temperaturverhältnisse im Extraktssystem von Lützkendorf zu ermitteln.

Besonders schwierig ist die Auswahl des Werkstoffes bei den Wärmetauschern zwischen kondensierendem Phenoldampf und verdampfendem Extrakt-Phenol-Wasser Gemisch, welche in Pressburg bei Temperaturen bis zu 240° betrieben werden sollen. Gute Haltbarkeit wird von Messing erwartet. Der Verbrauch ist allerdings relativ hoch, weil sowohl Mantel wie Bündel aus diesem Werkstoff zu wählen wären. Für Pressburg ist die Verwendung von inchromierten Rohren vorgezogen worden. Da derartige Rohre nicht geliefert werden können, ist beabsichtigt, den Korrosionsschutz durch Einbrennlack zu erreichen. Abgesehen davon, daß Einbrennlacke (Phenolprodukte) in Phenollösungen wenig beständig sind, liegen die in Frage kommenden Temperaturen für sämtliche Wärmetauscher (W4, W5, W6) weit über der zulässigen Grenze. Eine Bewährung kann daher nicht erwartet werden.

POOR  
COPY 41



Abgesehen von der Extraktoven-Schlange und dem Unterteil von der Kolonne K 3 wird ausschliesslich Eisen verwendet. Es ist fraglich, ob bei den für Pressburg gewählten Betriebsverhältnissen nicht Korrosionen an anderen Apparaten auftreten (Kolonne 5, Kolonne 6, Kondensator 3).

Dr. Wyszomirsky bezweifelt, das für die Pumpe P 15, welche Phenolhaltigen Extrakt bei 240°C fördern soll, ein geeignetes Plunger-Material zu finden ist.

Die Korrosionen durch reines Phenol werden als weniger gefährlich angesehen. Die starken Zerstörungen in den Leuna-Anlagen beruhen auf Verunreinigungen des Phenols. Wenn auch in eine Phenolextraktionsanlage reines Phenol eingesetzt wird, so befürchten doch die Herren der Materialprüfung Leuna, dass schon nach kurzer Betriebszeit Verunreinigungen aus dem Rohöl in das Phenol übergegangen sind, deren Art noch nicht vorausgesagt und deren Auswirkung noch nicht abgeschätzt werden kann.

Die Senkung der Temperaturen durch Vermeidung von Überdruck in der Extraktkolonne, Anwendung von Vakuum in den Kolonnen K 5 und K 6, Erhöhung der Strip-Dampf-Menge, halten die Herren der Materialprüfung Leuna für ratsam, da sämtliche zu erwartenden Korrosionen durch hohe Temperaturen sehr begünstigt werden.

#### Nachtrag

Wie Herr Dr. Blanhut nachträglich noch mitteilte, wurde in Lützkendorf anfänglich ein stark verfärbtes Raffinat gewonnen. Worauf die Verfärbungen zurückzuführen sind, ist ihm nicht bekannt. Voraussichtlich sind es Korrosionsprodukte. Es ist denkbar, dass Korrosionsprodukte aus den Wärmetauschern W 4, W 5 und W 6 oder aus den Leitungen mit dem Phenol in die Extraktionskolonne gelangen und im Verhältnis des Phenolgehaltes zwischen Raffinat und Extrakt in ersteres übergehen. Es darf daher nicht ausser Acht gelassen werden, dass Korrosionen, die mit Rücksicht auf die Lebensdauer der Anlage zugelassen werden könnten infolge der eintretenden Produktverschlechterung vermieden werden müssen, zumal Noosbierbaum im Gegensatz zu Lützkendorf keine Bleicherdebehandlung für das Raffinat erhält.

Es bestehen Bedenken gegen die konstruktive Durchgestaltung der Vorwärmer - Kühler - Wärmetauscher in Bezug auf die Flanschverbindungen an den innenliegenden schwimmenden Köpfen. Wie wir von Dr. Stange erfahren, sind an dieser Stelle in Lützkendorf die von uns erwarteten Schwierigkeiten aufgetreten. Die grössten Mängel konnten beseitigt werden, jedoch ist auch heute noch keine vollständige Dichtigkeit erzielt worden, sodass immer noch Produkte in nennenswerten Mengen ineinander übertreten.

FRIEDRICH UHDE 21289

Ingenieurbüro  
und Fabrik für chem. Apparate  
Zweigbüro Leunawerke

**Aktennotiz**

Über die Besprechung mit:

In: Leuna am: 27.8.43

Anwesend: die Herren

Obering. Dr. Blauhut zeitw.)  
Dipl.-Ing. Brigl } Leuna  
Obering. Keinke }  
Dr. Orliczek }  
Dipl.-Ing. Schröder Uhde-Dortmund }  
Dr. Metzger }

*Alte Phase 97*  
*Metzger (mit Brigl)*  
Verfasser: Dipl.-Ing. Brigl

*Phenol-Raffination*  
*Extraktion*  
Durchdruck an: die Herren

Obering. Dr. Blauhut  
Dipl.-Ing. Brigl  
Dir. Dr. Henkel  
Dir. Dr. Henning  
Obering. Hutter  
Obering. Keinke  
Dr. Metzger  
Dr. Ober 2 x  
Obering. Dr. Sackmann  
Dipl.-Ing. Schröder  
Dr. Zorn  
2 x Akten

Zeichen: Tag:  
Bgl/Si 30.8.43

Betrifft:

DR-Mb/Ph - Phenol-Extraktion  
(hierzu U 552-4 und U 877-8)

Im Rahmen der Donauraffinerie soll in Moosbierbaum eine Phenol-Extraktion erstellt werden. Mit Rücksicht auf die Dringlichkeit der Anlage, sollte die für Pressburg gelieferte Phenol-Extraktion ohne jede Änderung nochmals für Moosbierbaum ausgeführt werden. Auf diese Weise wäre die Bearbeitungszeit im Konstruktionsbüro auf ein Minimum reduziert worden und hätte sich praktisch auf die Anfertigung der Aufstellungspläne beschränkt. Zwischenzeitlich sind jedoch Betriebsverhältnisse in Aussicht genommen worden, welche mit der für Pressburg vorgesehenen Anlage kaum zu beherrschen sind und eine Vergrößerung des Raffinat-Ofens, der Kolonne K5 und K6, verschiedene Pumpen und Wärmeaustauscher erforderlich machen. Ob weitere Änderungen vorzunehmen seien, sollte in der Besprechung mit Herrn D.I. Schröder, dem Sachbearbeiter der Anlage Pressburg, geklärt werden.

1.) Extraktionskolonne K2.

Die Fahrweise liegt noch nicht endgültig fest. Es gehen die Versuchsergebnisse beim Fahren mit feuchtem Phenol zum Teil noch stark auseinander. Die Schaltung soll daher so gewählt werden, daß die Auswaschung in der Kolonne nicht nur mit trockenem Phenol, sondern auch mit feuchtem Phenol vorgenommen werden kann, wobei in letzterem Falle auf die Phenol-trocknung in K8 verzichtet werden könnte.

Herr D.I. Schröder wies darauf hin, daß bei manchen Fahrweisen 2 Extrakte oder 2 Raffinate aus der Extraktionskolonne abgezogen werden. Es erscheint wenig zweckmässig, aus der Extraktionskolonne, deren Arbeitsweise noch reichlich unklar ist, 3 verschiedene Produkte abzuziehen. Zweckmäßiger dürfte es sein, in solchem Falle eine 2. Kolonne aufzustellen.

L.634

-2-

Blatt 2

Vor  
ab  
lun  
Der  
ner  
wer  
in  
da  
Na  
zi  
Übe  
ren  
her  
wer  
ber  
ken  
tic  
ist  
für  
Lü  
ker  
der  
von  
gr  
Es  
wie  
der  
der

2.) Kol  
Der  
Ph  
Fl  
von  
Das  
Was  
fer  
Das  
sch  
er  
ku  
zi  
ni  
rum  
na  
flu  
lo  
Kor  
na

+) )

POOR COPY 41



Vorläufig kommt dies für Moosbierbaum nicht in Frage, es wäre aber zu entscheiden, ob Platz für deren nachträgliche Aufstellung bereitgehalten werden soll.

Der Phenolgehalt des Raffinates ist bei Zuführung von trockenem Phenol im Kolonnenkopf annäherungsweise bekannt. Bei Verwendung von feuchtem Phenol wird im Raffinat weniger Phenol in Lösung gehen. Nach den Zahlenangaben von U 552-4 wäre das Raffinat im Kopf der Kolonne K 2 vollständig wasserfrei. Nach amerikanischen Angaben ist aber mit einem, wenn auch geringem Wassergehalt zu rechnen.

Über die in der Extraktionskolonne einschaltenden Temperaturen besteht noch keine Klarheit. Die Wärmetauscher müssen daher so ausgelegt werden, daß sie in weiten Grenzen reguliert werden können. Die Extraktionskolonne für Pressburg weicht bezüglich der Inneneinbauten grundsätzlich von der in Lützkendorf bewährten Konstruktion ab. Nachdem die neue Konstruktion noch nicht durch Technikversuche überprüft worden ist, wurde es als ratsam angesehen, die Extraktionskolonne für Moosbierbaum unter enger Anlehnung an die "Konstruktion Lützkendorf" auszuführen. Über die Beobachtungen in Lützkendorf soll nochmals Herr Dipl.-Ing. Eisenhut befragt werden. Unter Umständen empfiehlt es sich eine grössere Zahl von Austauschböden einzubauen und die Kolonnenhöhe zu vergrössern.

Es erscheint fraglich, ob durch Umpumpen des Kolonneninhalts, wie dies für Pressburg vorgesehen ist, eine Vergrösserung der Extraktionswirkung erzielt wird. Für Moosbierbaum werden daher zunächst keine Pumpen beschafft.

Pressburg sieht mit Rücksicht auf die Druckverhältnisse die Einführung des Phenolwassers aus dem Kondensator Ko - 3 in den Behälter S 5 b vor. In Moosbierbaum soll das Phenolwasser unter Zwischenschaltung einer Pumpe in die Kolonne K2 eingeleitet werden.

## 2.) Kolonne 5/6

Der Kolonne K 5 wird als Rücklauf im Kopf Phenol aus dem Phenol-Vorratsbehälter S 4 angegeben, was allerdings im Fließ-Schema nicht dargestellt ist. Die Kopftemperatur von K 5 beträgt nicht 295, sondern ca 195° C.

Das Kopfprodukt <sup>aus K 5</sup> enthält voraussichtlich, wenn auch geringe Wassermengen, was eine Einleitung in die Kolonne K 8 rechtfertigt.

Das Raffinat muss nahezu vollständig phenolfrei sein, da schon geringe Phenolmengen den Bleicherdeverbrauch stark erhöht. Die Austreibung des Phenols durch Erhitzen im Vakuum genügt nicht, sodass auf den Strip-Dampf nicht verzichtet werden kann. Es wäre allerdings zu überlegen, ob nicht eine Senkung des Vakuums unter gleichzeitiger Vermehrung des Stripdampfes die gleiche Phenolfreiheit des Raffinates erzielen lässt, dabei aber die Anwendung eines Rückflusses im Kopf der Kolonne K 6 ermöglicht. Beim rückflusslosen Betrieb der Kolonne K 6 werden zusammen mit dem über Kopf gehenden Wasser und Phenol erhebliche Ölmengen (Raffinat) abgeführt werden. Diese gelangen bei der Schaltung nach

+) um durch

3.) Tr

4.) B

5.) W

6.) K

U 552 - 4 über S-5b in den Extrakt und gehen so, als wertvolles Produkt verloren. Erfolgt die Phenol-Wasser-Rückführung in die Kolonne K 2, so geht das Raffinat zwar nicht verloren, wohl aber die Ausbildung des Gleichgewichtes in K 2 gestört.

### 3.) Trocknungskolonne K 8

Die Dimensionierung der Kolonne ist so, daß unter den für Pressburg vorgesehenen Betriebsverhältnissen (U-552-4) die maximal zulässigen Belastungen praktisch erreicht sind. Eine Überlastung tritt sofort auf, wenn der Wärmetauscher W 4 mehr Last übernimmt, als entsprechend dem Schema vorgesehen ist, weil dann die Durchtrittsquerschnitte im Unterteil der Kolonne für die entsprechende Phenoldampfmenge nicht mehr genügen. Der Stoffaustausch erfolgt auf Böden mit länglichen Glocken. Herr Keinke empfiehlt Rundglocken zu nehmen. Die Kolonne wird für Pressburg ganz in Flusstahl hergestellt, da nennenswerte Korrosionen nicht erwartet werden.

### 4.) Extrakt-Kolonne K 3 und F 4

Auch diese Kolonne erhält einen Rücklauf von Phenol aus dem Behälter S 4, welcher im Fließschema nicht eingetragen ist. Für K 4 ist ein derartiger Rücklauf nicht vorgesehen und mit Rücksicht auf die geringe Menge des Kopfproduktes auch entbehrlich, zumal rückgeführtes Phenol lediglich einen Kreislauf über K 8 zurück nach K 3 beschreibt. Das direkte Abpumpen des heißen Sumpfproduktes aus K 4 (300°C) erscheint schwierig, es sollte daher zwischen K 4 und F 5 ein Kühler eingeschaltet werden. (Luftgekühlt).

### 5.) Wärmetauscher

Gegen die gewählte Ausführung der Wärmetauscher mit innenliegenden Flanschdicungen der schwimmenden Köpfe bestehen bei Leuna erhebliche Bedenken, obwohl bekannt ist, daß diese Ausführung in der Erdölindustrie in Amerika sehr weit verbreitet ist. Für Pressburg sind Rohre von 12 mm l. Ø verwendet worden. Es erscheint fraglich, ob derartige Rohre einwandfrei gereinigt werden können. Uhde-Dortmund hat daher nummehr eine Normkonstruktion mit Rohren von 21 mm l. Ø entwickelt. Diese Konstruktion liegt ~~nummehr zur Zeit allerdings nur für ND 40 vor.~~ Die Umarbeitung auf ND 16 soll aber so rechtzeitig erfolgen, daß für Moosbierbaum noch die leichtere Ausführung verwendet werden kann.

### 6.) Korrosionen

Es werden wesentlich geringere Korrosionen erwartet, als bei den Phenolanlagen in Leuna aufgetreten sind, weil die Beschickung der Extraktionsanlage mit reinem Phenol erfolgt, das Phenol in Leuna aber verschiedene korrosionsfördernde Verunreinigungen enthält. Nach Angaben von Herrn D.I. Schröder sind bei Extrakt-Phenol-Lösungen nennenswerte Korrosionen erst bei Temperaturen über 300°C zu erwarten. Stärkere Korrosionen treten bei Wasser-Phenol-Lösungen auf, vorallem im Zustand des



Phasenwechsels (Verdampfung, Kondensation). Es wurde beschlossen, die Erfahrungen von Lützkendorf auf diesem Gebiet bei der Konstruktion der Anlage Moosbierbaum zu berücksichtigen und sich um Überlassung von Unterlagen an Dr. Stange, I.G. Lu, zu wenden.

Die Rohre des Extraktovens und die Innere Auskleidung des Unterteiles der Kolonne K 3 sollen auch in Moosbierbaum aus V2A hergestellt werden. Korrosionen erwartet Herr D.I. Schröder weiterhin in den Wärmeaustauschern W 4, W 5 und W 6. Vollständig widerstandsfähig soll Messing sein, jedoch sei mit einer Zuteilung nicht zu rechnen. Für Pressburg wurden inchromierte Rohre vorgesehen, Herr Keinke teilt mit, daß die Herstellerfirma selbst die Eignung der Inchromierung für Angriff durch Flüssigkeiten bezweifelt. Weiterhin würde eine derartige Inchromierung lediglich die Rohre schützen, während die Bündelböden ungeschützt sind. Vorallem an der stark deformierten Einwalzstelle könnten stärkere Anfrassungen auftreten.

Nachdem inchromierte Rohre nicht rechtzeitig <sup>an</sup> geliefert werden, beabsichtigt Herr Schröder die Bündel durch Einbrennlackierung zu schützen. Es wäre zu prüfen, ob der Einbrennlack in Gegenwart von Phenol beständig ist.

Auf alle Fälle <sup>soll</sup> bezüglich der Korrosion noch die Materialprüfung, Leuna, und die Materialprüfung Lu befragt werden.

#### 7.) Schaltschema

Das Schaltschema für Pressburg wurde unter Berücksichtigung der dortigen Energieverhältnisse entwickelt. Diese decken sich keineswegs mit denjenigen in Moosbierbaum, sodass auch das für Pressburg entwickelte Schema nicht das Optimum für Moosbierbaum darstellt. Eine Erwandlung des Schemas, etwa entsprechend U 877 - 8 wäre für Moosbierbaum vorteilhafter. Durch Senkung des Druckes in der Kolonne K 8, kann der Druck in den Kolonnen K 3, K 4, K 5 und K 6 ebenfalls niedriger gehalten werden. Damit sinken die Temperaturen in diesen Apparaten und in den damit zusammenarbeitenden Wärmeaustauschern, sodass eine Verminderung der Korrosion zu erwarten ist. Die Drucksenkung ermöglicht den Ersatz der gasgeheizten Öfen für Extrakt und Raffinat durch Hochdruckvorwärmer (Heizdampf 56 ata) und damit sogar die Einzelbeheizung des Sumpfes der Kolonne K 5, K 6 und K 3. Die Beheizung des Sumpfes erlaubt weiterhin in jeder Kolonne einen beliebig starken Rücklauf im Kopf anzugeben.

Sämtliche an der Besprechung beteiligten Herren halten eine gründliche Überarbeitung der Anlage Pressburg zur Anpassung an die Verhältnisse in Moosbierbaum technisch für empfehlenswert. Sollte hierfür die Bearbeitungszeit im Konstruktionsbüro nicht zur Verfügung stehen, so wären wenigstens folgende Massnahmen zu treffen:

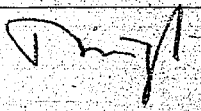
- a) Überprüfung der Korrosionsverhältnisse und Berücksichtigung des Ergebnisses bei der Auslegung der Anlage.
- b) Umkonstruktion der Kolonne K 2 entsprechend dem Muster "Lützkendorf".

21293

Blatt 5 zur Aktennotiz vom 30.8.43

- c) Vergrößerung der Kolonne K 6.
- d) Vergrößerung des Raffinat-Ofens
- e) Vergrößerung des Wärmetauschers W 3
- f) Einbau von 2 zusätzlichen Wärmetauschern an Kolonne K 8 zur Verbesserung der Regelbarkeit und Kürzung der Anfahrzeit.
- g) Verwendung von Wärmetauschern mit weiteren Rohren.

Die Änderungsvorschläge sollen Herrn Dr. Zorn zur Stellungnahme vorgelegt werden.



L.0894

Betr.: Ph

derlicher  
dem hoch  
in einer  
38 von d  
öffnet w  
gegeben.  
wird zun  
schließl  
katechin  
legt unt

stellung  
Destilla  
nächsten  
Destilla

Phenosol  
wertigen  
zerlegt.  
β-Glocke

herausge  
eine Fra  
Nach Abs  
10 gesch

von 20%  
wohnenen  
zu zerle  
eine spä  
8le eine

POOR  
COPY

41



Phenol 97  
Leuna Werke, den 21. Juli 1943  
Dr. Hav./C.

Aktennotiz 21294  
Über eine Besprechung am 8.7.1943 im Bau Me 26.

- Anwesend: Herr Obering. Dr. Sackmann  
" Dr. Korn  
" Ing. Wolf  
" Dr. Havemann

Betr.: Phenol-Destillation.

Die Brüher und Pöltzer Phenosolvan-Extrakte können wegen der dafür erforderlichen hohen Sumpftemperaturen nicht direkt zerlegt, sondern müssen zunächst von dem hochsiedenden Rückstand abdestilliert werden. Diese Vordestillation wird z.Zt. in einer der 2 m  $\phi$ -Glockenkolonnen in Me 983 diskontinuierlich ausgeführt, wobei 38 von den vorhandenen 48 Glockenböden durch Hochziehen der Entleerungsspindel geöffnet werden. Auf die 10 geschlossen bleibenden Glockenböden wird wenig Rücklauf gegeben. Sie wirken dann praktisch nur als Spritzschutz. Bei der Vordestillation wird zunächst die sog. PD-Öl-Fraktion, in der die gesamten einwertigen Phenole einschließlich Xylenole und ein Teil der Brenzkatechine enthalten sind, und die Brenzkatechin-Fractionen: Brenzöl 40 und 0 abgenommen. Das PD-Öl wird dann für sich zerlegt unter Gewinnung der einzelnen, einwertigen Phenole und des Brenzöl 60.

Es war geplant, diese Vordestillation der Phenosolvan-Extrakte nach Fertigstellung der Phenolöl-Raffinationsanlage Me 992 diskontinuierlich in einfachen Destillationsblasen vorzunehmen. 2 Destillationsblasen werden bis zum Frühjahr nächsten Jahres fertiggestellt und in Betrieb genommen werden können. Eine dritte Destillationsblase ist vor etwa 3 Monaten bestellt worden.

Es hat sich nun herausgestellt, daß man bei der Vordestillation der Phenosolvan-Extrakte zweckmäßigerweise die einwertigen Phenole sofort von den zweiwertigen Phenolen abtrennt und dann dieses Gemisch der einwertigen Phenole für sich zerlegt. Das wird z.Zt. dadurch erreicht, daß die einwertigen Phenole in der 2 m  $\phi$ -Glockenkolonne mit 48 geschlossenen Böden und einem Rücklaufverhältnis von 1:1 herausgeschritten werden. Dabei wird zunächst eine phenolreiche Fraktion und dann eine Fraktion abgenommen, die phenolarm, aber reich an Kresolen und Xylenolen ist. Nach Abschneiden der einwertigen Phenole werden dann die Brenzöle 40 und 0 mit 10 geschlossenen Glockenböden ohne Rücklauf abdestilliert.

Durch diese neue Fahrweise wird gegenüber der alten eine Zeitersparnis von 20% erzielt. Weiterhin lassen sich jetzt die aus den Phenosolvan-Extrakten gewonnenen Fraktionen der einwertigen Phenole ohne weiteres mit den anderen in Leuna zu zerlegenden Phenolölen, den (MRK)-D-Ölen, vermischen. Das würde im Hinblick auf eine spätere kontinuierliche Zerlegung der gesamten in Leuna aufgearbeiteten Phenolöle eine erhebliche Vereinfachung bedeuten.

Es  
Phenosolvan-  
soll. Da die  
Zerlegung de  
Vordestillat  
blase für Me  
kolonne für  
destillation  
phenolarmen  
nationsanlag  
auf die Bren  
Di  
nuierliche  
bindung set  
wie z.B. 'e  
setzt werde

$\phi$  Herrn Dir  
" Dr.  
" Dr.  
" OI  
" Dr.  
" Ing.  
" Dr.

POOR COPY 41

21294a

- 2 -

Es wurde abgesprochen, daß die neue Fahrweise bei der Vordestillation der Phenosolvan-Extrakte wegen der geschilderten Vorteile unbedingt beibehalten werden soll. Da die vier in Me 983 vorhandenen 2 m  $\beta$ -Glockenkolonnen später ganz für die Zerlegung der Phenolöle eingesetzt werden müssen und dann also nicht mehr für die Vordestillation zur Verfügung stehen, soll die Bestellung der dritten Raffinationsblase für Me 992 wieder rückgängig gemacht und dafür eine weitere 2 m  $\beta$ -Glockenkolonne für Me 983 bestellt werden. Diese Kolonne soll kontinuierlich für die Vordestillation der Phenosolvan-Extrakte unter Abnahme einer phenolreichen und einer phenolarmen Fraktion gefahren werden. Der Kolonnensumpf wird dann nach der Raffinationsanlage Me 992 gepumpt und hier in den zwei vorhandenen Destillationsblasen auf die Brenzöle 40 und 0 destilliert.

Die Einrichtung der zu bestellenden 2 m  $\beta$ -Glockenkolonne für die kontinuierliche Fahrweise ist vom Konstruktionsbüro vorzunehmen, mit dem wir uns in Verbindung setzen werden. Dabei ist zu prüfen, ob Teile der dritten Raffinationsblase wie z.B. der Umlaufverdampfer und der Kondensator für diese Glockenkolonne eingesetzt werden können.

Havemann

Ø Herrn Dir. Dr. Giesen  
" Dr. Sackmann  
" Dr. Korn  
" OI. Keinke  
" Dr. Orlicek  
" Ing. Wolf  
" Dr. Havemann

Ref. t. F.  
Anst. S. 1

Die bisherige  
und Pflanz-  
einschließl.  
siedenden  
(Vergl. Anst.)  
Das Erzeugnis

Die Pflanz-  
katechin.  
gewinnende  
tiven hohen  
den letzten  
rechnet we  
185° C kann  
Herr Oberd  
die trotz  
reichend g  
1) niedrig  
2) geringe  
auf gle  
Der mit de  
könnte wei  
werden.

Durch Ver  
1) welche  
können.  
Auch in  
turen g  
Dampf s  
soll.  
2) Beeinfl  
Einfluß  
führten  
hältnis  
analyse  
befindl

POOR  
COPY

41



Phenol 97  
Korn

Lohna Werke, den 21. 7. 1943 Dr. Gr./Kl.

Aktennotiz über eine Besprechung am 20.7.1943  
im Konstruktionsbüro Kts.

21295

Betr.: Phenoldestillation - Vorseigerung der Phenolsolvenextrakte.

Anwesend: Obering. Dr. Seckmann  
Dr. Korn  
Obering. Keinke  
Dr. Havemann  
Ing. Wolf  
Dr. Orlicek

Die bisher diskontinuierlich in Me 985 ausgeführte Vordestillation der Bräuer und Pöhlitzer Phenolsolvenextrakte, bei der die gesamten einwertigen Phenole einschließlich der Methylphenole mit einem Teil des Brenzkatechins vom Höher-siedenden getrennt werden, soll in Einkunft kontinuierlich ausgeführt werden. (Vergl. Aktennotiz vom 14.7.43 Dr. Havemann).

Das Bräuer Phenolsolvenextrakt besteht beispielsweise aus:

18 % Phenol  
12 % Kresole  
5 % Xylenole  
17 % Brenzkatechin  
17 % Methyl-Brenzkatechin  
31 % über 260°C Siedendes.

Die Pöhlitzer Extrakte sind ähnlich zusammengesetzt, enthalten aber weniger Brenzkatechin. Die Schwierigkeit des vorliegenden Problems liegt darin, dass das zu gewinnende Sumpfprodukt (das frei von einwertigen Phenolen sein muß) einen relativ hohen Siedepunkt hat. Es muß mit einem max. Siedepunkt von etwa 270° des aus den letzten 3 Bestandteilen der obenstehenden Liste bestehenden Sumpfproduktes gerechnet werden. Die wegen der Beheizung mit Dampf erwünschte Siedetemperatur von 185°C kann im Sumpf der Kolonne nur bei einem Druck von 0,1 ata erreicht werden. Herr Obering. Keinke vertritt die Meinung, daß eine Kolonne gebaut werden könnte, die trotz der notwendigen Bodenzahl die roh etwa auf 80 geschätzt wird, einen hinreichend geringen Druckabfall hat. Voraussetzung für eine derartige Kolonne wäre

- 1) niedrige Belastung
- 2) geringe Stauhöhe auf den Böden (Überlaufwehr und Oberkante der Glockenschlitz auf gleichem Niveau.)

Der mit der geringen Belastung verbundene Nachteil des großen Kolonnenquerschnittes könnte weitgehend durch verminderte Bauhöhe (geringer Bodenabstand) ausgeglichen werden.

Durch Versuche soll geklärt werden:

- 1) welche Wandtemperatur im Verdampfer aus Korrosionsgründen angewendet werden können. Für diese Versuche steht ein Versuchsverdampfer aus V4A zur Verfügung. Auch in der vorhandenen 300 mm Versuchskolonne soll mit höheren Sumpftemperaturen gearbeitet werden, wobei der Heißdampf durch Aufkomprimieren von 16 atü Dampf auf etwa 30 atü mit einem Kolbenkompressor (Umlaufpumpe) gewonnen werden soll.
- 2) Beeinflussung des Wirkungsgrades der Glockenböden durch die Belastung. Um diesen Einfluß festzustellen, soll bei einer betriebsmäßig in einer 2 m Kolonne ausgeführten Rohphenoldestillation der Durchsatz bei gleichbleibenden Rücklaufverhältnis auf 3/4, 1/2 und 1/4 der normalen Belastung gesenkt werden, wobei durch Analysen die Wirkung dieser Maßnahme auf die Zusammensetzung der in den Böden befindlichen Flüssigkeit zu prüfen ist.

POOR COPY 41

3) Nach  
300 m  
gleiche  
Wirkung

Das K  
führt  
eine  
Frakt

Verte  
Oberin

Oberin

M.

21296

- 2 -

5) Nach Durchführung der obigen Versuche sollen einige der oberen Schüsse der 300 an Versuchskolonne auf eine Stauhöhe 0 (Schlitzoberkante und Wehr im gleichen Niveau) umgebaut werden, und der Einfluß der Stauhöhe auf den Bodendruckungsgrad geprüft werden.

Das Konstruktionsbüro etc. wird, sobald das Resultat der unter 1) und 2) angeführten Versuche vorliegt, eine Kolonne für 4,5 to Phenolsolvenextrakt Einsatz anlegen, die es erlaubt, das Produkt in eine wenig Brenskatechinenthaltende Fraktion und in einen phenolfreien Saupf zu zerlegen.

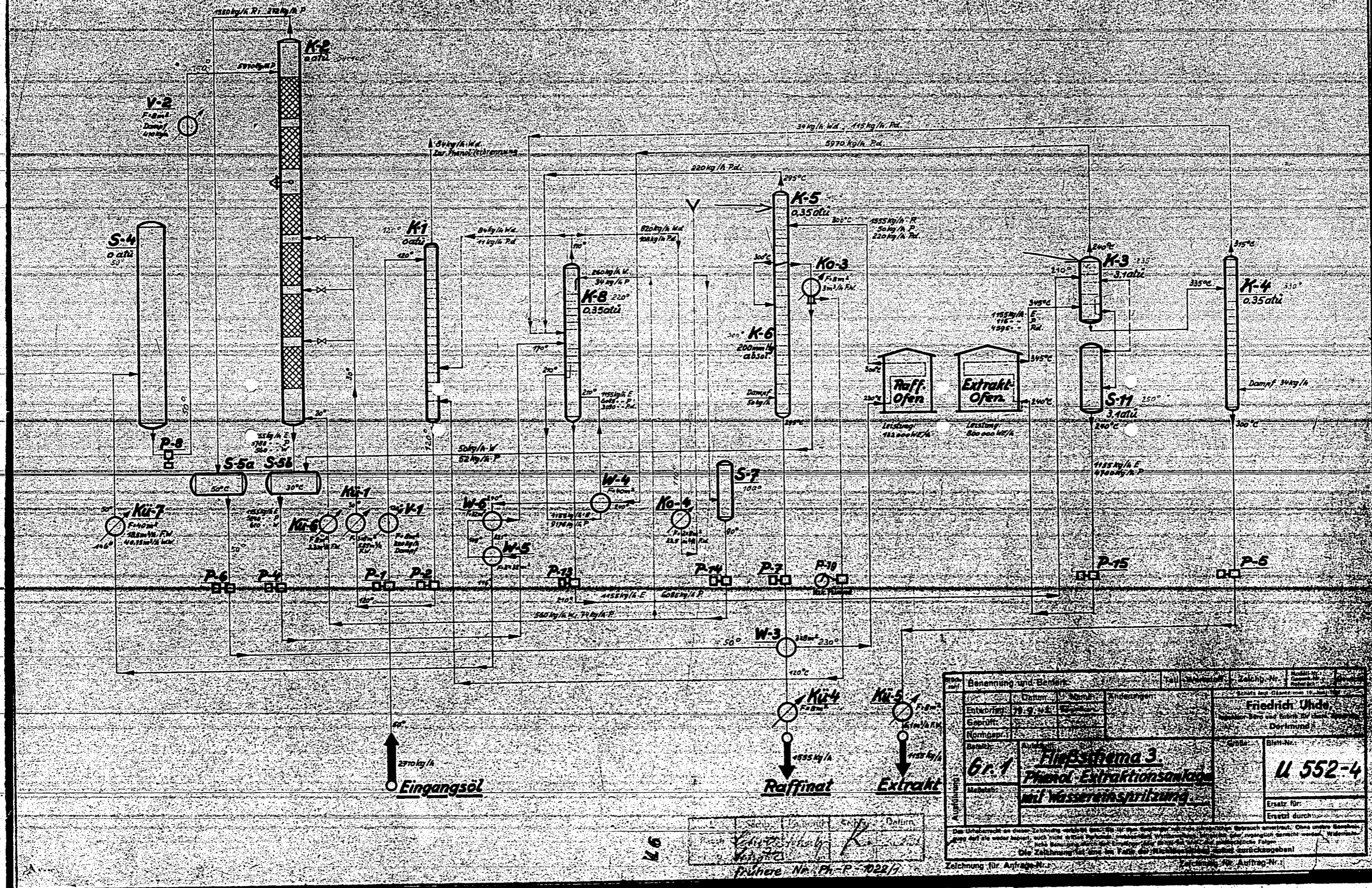
Verteiler:  
Obering. Dr. Sachsenmann  
Dr. Korn  
Obering. Keinke  
Dr. Havemann  
Ing. Wolf  
Dir. Dr. Giesen  
Dr. Orlicek

*M. Lübeck*

POOR  
COPY

41





Benennung und Bezeichnung		Teil		Zeichn.-Nr.		Blatt-Nr.	
Entwurf	19.9.54	Gezeichnet		Friedrich Uebe		Blatt-Nr. U 552-4	
Geprüft				Ersatz für			
Normgepr.				Ersatz durch			
Besetz	Gr. 1			Fließschema 3.			
Maßstab				Phenol-Extraktionsanlage			
				mit Wassereinspritzung			
Das Urheberrecht an dieser Zeichnung verbleibt dem VDI-Institut für den Fall, dass die Zeichnung ohne unsere Genehmigung aus dem VDI-Archiv herausgegeben wird. Die Zeichnung ist im Falle der Nachdruckverbreitung zurückzugeben.		Zeichnung für Anfrage-Nr.		Zeichnung für Auftrag-Nr.			

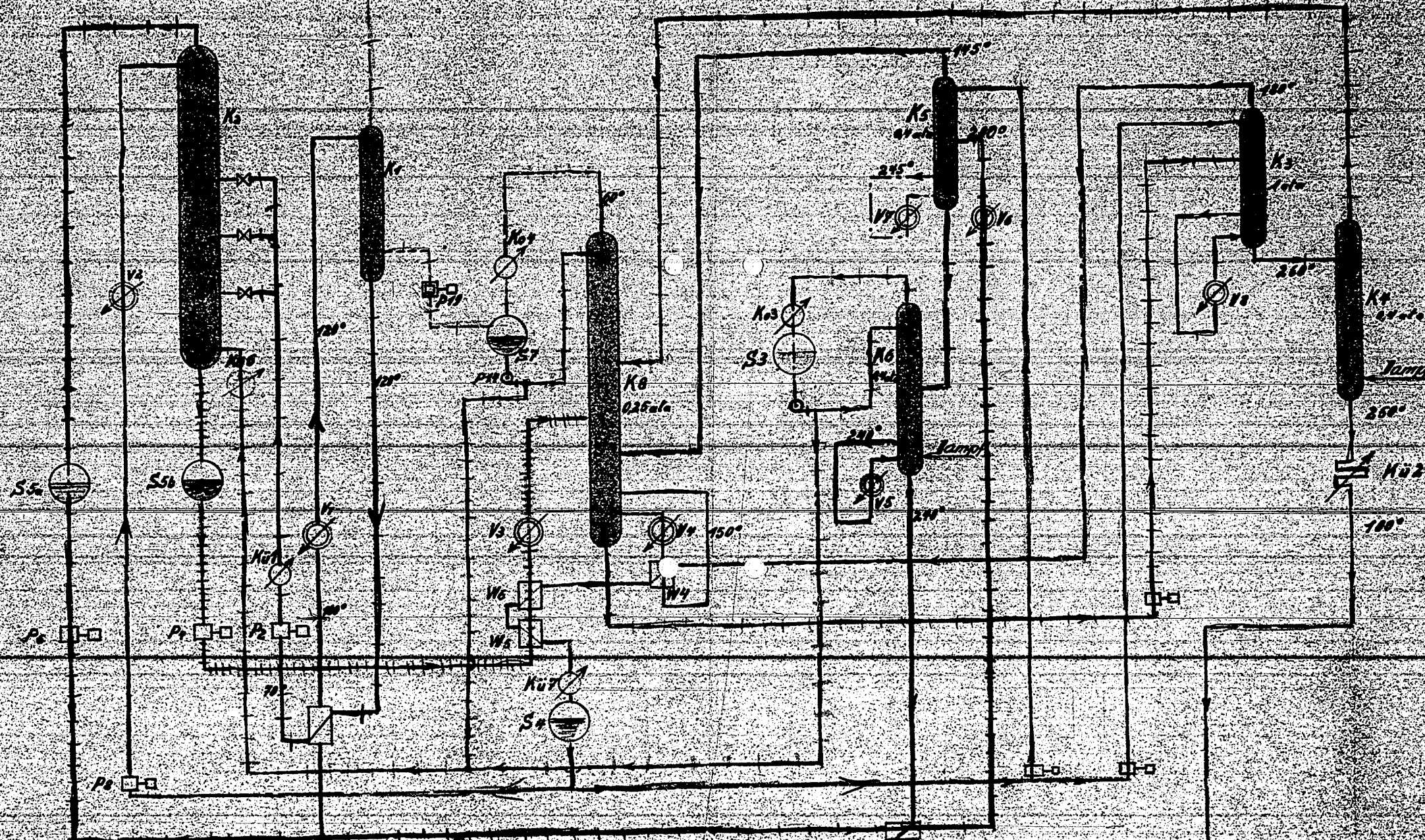
26  
 Frühere Nr. Ph-P-222/7



# Phenolextraktionsanlage Moosbierbaum DR/Mb-Ph

Alternative

21298



- Pumpe
- Kühler, Kondensator
- Vorwärmer, Verdampfer
- Wärmetauscher
- luftgekühlter Kühler
- Speicher, Puffergefäß

- Rohöl
- Extrakt- & Extraktlösung
- Refinat- & Refinatlösung
- Phenol
- feuchtes Phenol
- Phenolwasser

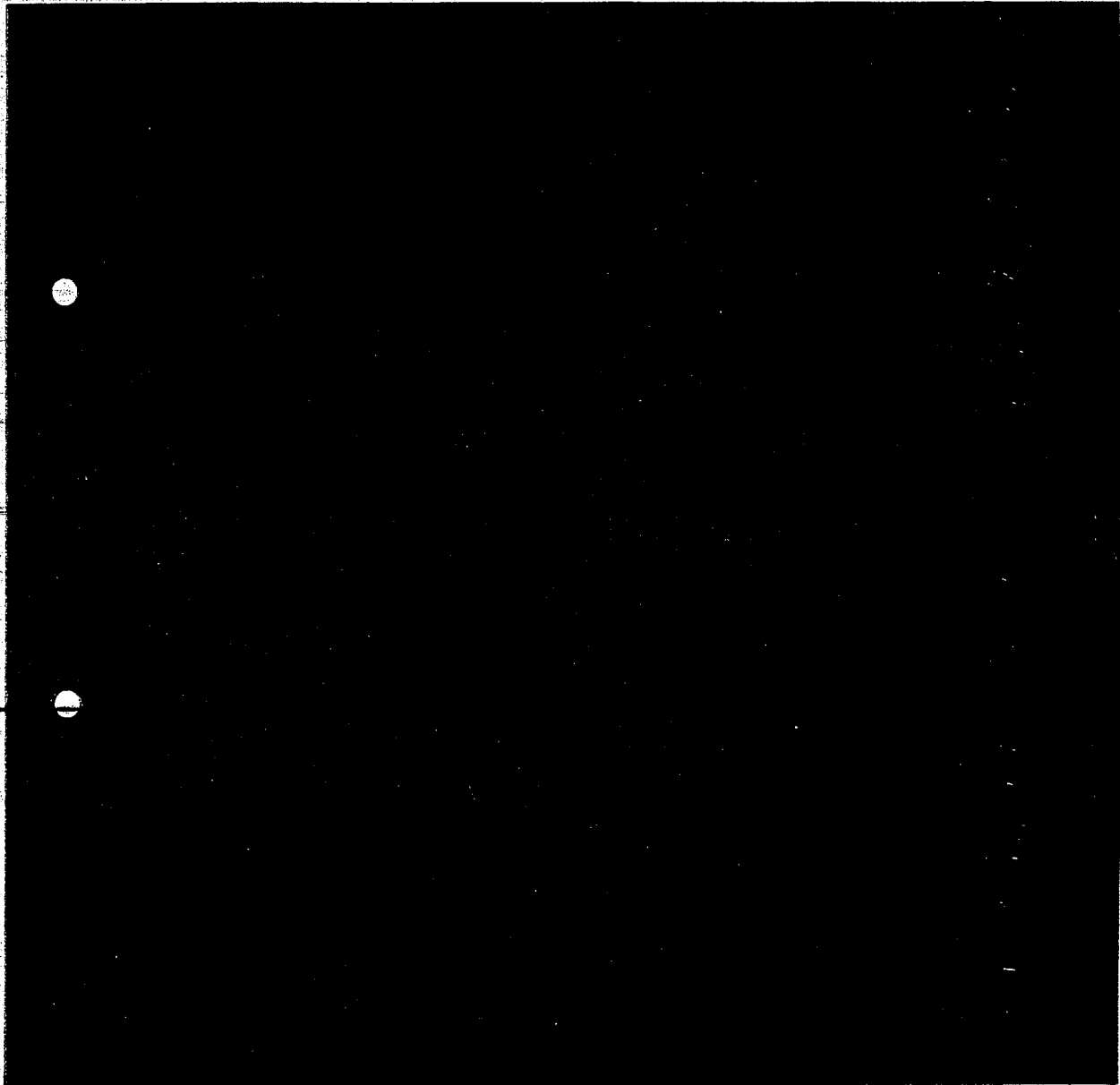
- P1
- P2
- P3
- P4
- P5
- P6

U 877-8

30.8.93

POOR COPY 41





9

POOR COPY 41

AMMONIAKWERK MERSEBURG  
Gesellschaft mit beschränkter Haftung

*Phenolabwasse*  
*97*  
*Leuna*

An Herren Dr. Wustrow, Dr. Zepf, Obering. Keinke, Organische  
Abteilung - Dr. Korn, Niederdruck, Hydrierung, Hochdruck,  
Energie-Abteilung

Ihre Zeichen Ihre Nachricht vom Unsere Nachricht vom Unsere Zeichen LEUNA WERKE (Kr. Merseburg)  
Ena/Sb/a.144 20. Januar 1944 Fr.  
21300

Betreff

Zur Behebung der Phenolschwierigkeiten im Abwasser sind folgende  
Projekte vorgesehen:

- 1) Sonderbegasung von Phenolwasser  
Bearbeiter : a) Hydrierung  
b) Phenolwasseraufbereitung
- 2) Adsorption von Phenolen durch intensive Vermischung mit Zinklerstaub.  
Bearbeiter : Dr. Pattenhausen und Dipl. Ing. Oehler
- 3) Abdriicken von Kesselhausasche mit Phenolwasser unter Benutzung  
eines Intzebehälters.  
Bearbeiter : Dr. Viktorin

Über die Kosten und den Eisenbedarf soll am Donnerstag, 3.2.1944, 15<sup>00</sup>  
in Me 26 gesprochen werden.  
Wir bitten um Teilnahme der infrage kommenden Herren.

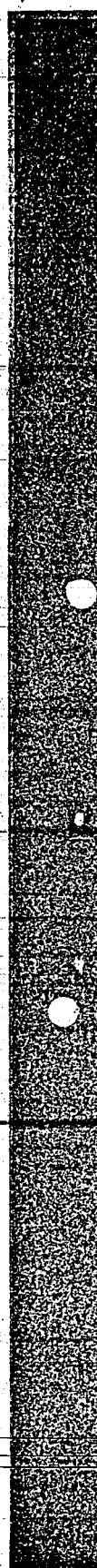
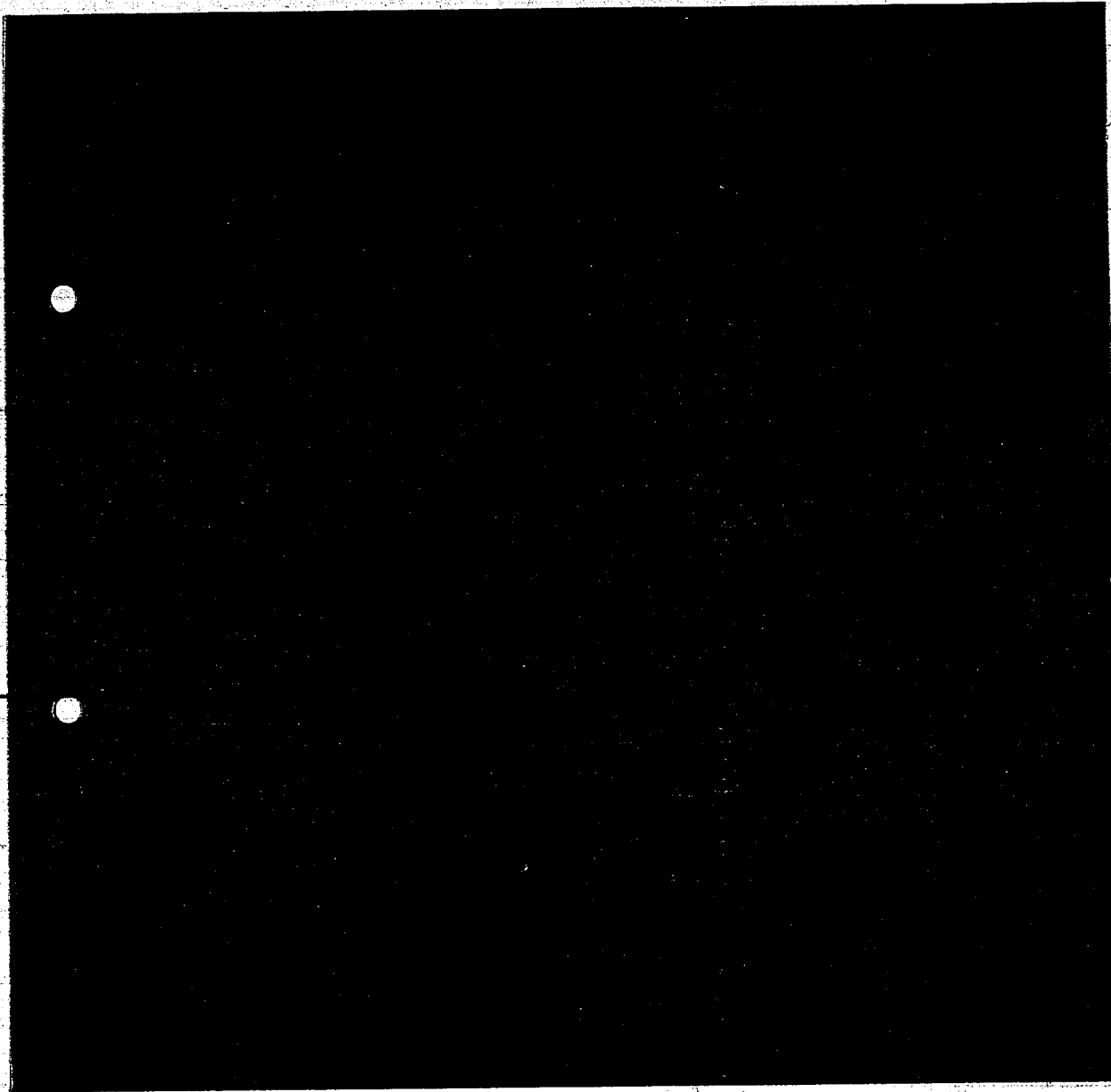
*Heinrich Keinke*

Energie-Abteilung  
Abluft- u. Abwasserüberwachung

L 1191 1486-40000-422 Dm45

POOR COPY 41





POOR  
COPY 41

*Handwritten:* Metall, Messing 97

21302

Herrn Dr. O. L. Sackmann in Fr. Heckmann & Langen,  
Köln, 12. Januar 1944

Beauftragung zur Durchführung der Aufarbeitung Nr. 992, Teil 151,  
in Zusammenarbeit mit der Röhrenfabrik

- |          |                          |
|----------|--------------------------|
| Bestand: | Herrn Dr. O. L. Sackmann |
|          | Herrn O. L. Kühle        |
|          | Herrn Dr. Havemann       |
|          | Herrn Dr. Kirch          |
|          | Herrn Dr. Grilcke        |
|          | Herrn Ing. Wolf          |
|          | Herrn Ing. Lange         |

Herrn Dr. Sackmann wird anhand von Kurvenwerten und Tabellenwerten, die durch Messungen an Modellkolumnen gewonnen sind, über die von uns projektierten Kolumnenlänge von 2.000 mm mit 121 Glocken 125 mm Ø das geforderte Soll bezüglich der Aufarbeitung des Bodens nicht zu erreichen ist. Auf Grund von Überlegungen wurde festgestellt, was zu nicht bereits bekannt war, daß der Durchmesser der Kolumne vergrößert werden mußte, wenn das Druckverhältnis in der Kolumne auf das geforderte Maß gehalten werden soll. Der Vorschlag des Durchmessers steht aber im Einklang mit dem von Herrn O. L. Dr. Sackmann entgegen, der verlangt, nicht über einen Durchmesser von 2.000 mm hinauszugehen. Da andererseits Herr Dr. Havemann die Ansicht vertritt, ebenfalls nicht abgehen können glaubt, wurde von Herrn Dr. Sackmann vorgeschlagen, mit einem Boden von 2.000 mm Ø mit 129 Glocken eine Versuchs- zu machen und Herrn O. L. Kühle zu diesen einzuladen. Man hofft, auf diesem Wege das gesteckte Ziel zu erreichen. Nach Zusage von Herrn O. L. Sackmann kann die fragliche Kolumne bis Mai 1944 geliefert werden.

Da nicht mehr zu rechnen ist, daß bis zu diesem Zeitpunkt die dazugehörige Höhe von Kupfer geliefert ist, wird beabsichtigt, die Lieferung dieser Kolumne auszusparen und dafür die Lieferung der Kolumne für die Raffination Nr. 992 anzuschaffen, da deren Beschaffung sukzessive als dringender empfunden wird. Die fragliche Kolumne soll nach Rücksprache mit Herrn O. L. Dr. Sackmann bestellt werden.

Die die Beauftragung der Aufbeizer für diese Kolumne wurde noch kein Beschluß gefaßt.

- |          |                          |
|----------|--------------------------|
| Versand: | Herrn Dr. O. L. Sackmann |
|          | Herrn O. L. Kühle        |
|          | Herrn Dr. Havemann       |
|          | Herrn Dr. Kirch          |
|          | Herrn Dr. Grilcke        |
|          | Herrn Ing. Wolf          |
|          | Herrn Ing. Lange         |
|          | 1 x Akten                |

*Handwritten signature:* Lange

POOR COPY 41



[The main body of the page is almost entirely obscured by a dense, dark, grainy texture, likely due to a poor quality scan or intentional redaction. Only faint outlines of text are visible through the noise.]

Zusa  
Die  
Bela  
ten  
sehr  
Frag  
nur  
zur  
zu a  
bild  
last  
für  
  
Vert  
Fa.  
Ober  
Ober

21304

Zusammenfassung:

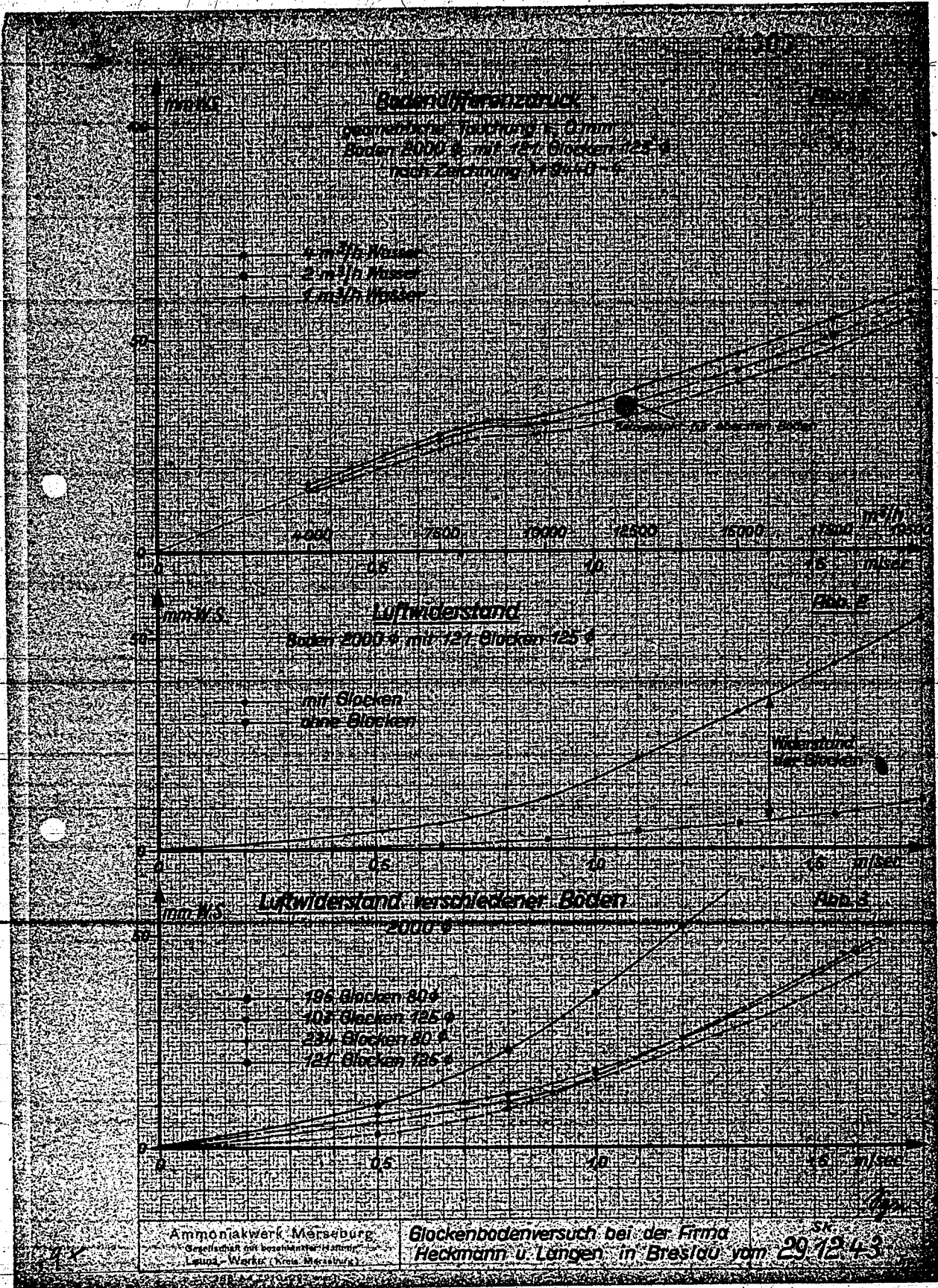
Die Widerstandswerte des gemessenen Bodens zeigen, daß diese nur bei geringerer Belastung ganz wenig unter denen durch anderweitige Messung bereits untersuchten Böden liegen. Da aber das Gebiet innerhalb dessen der Boden gut arbeitet, sehr begrenzt ist, kommt er als allgemein zu verwendender Boden nicht in Frage. Aus den Werten der Abbildung 3 zu schließen, kommt für unseren Fall nur ein Boden mit 234 Glocken 80  $\phi$  oder ein solcher mit 103 Glocken 125  $\phi$  zur Anwendung. Wahrscheinlich wird dem Boden mit den Glocken 80  $\phi$  der Vorzug zu geben sein, da die kleineren Glocken immer ein sehr gleichmäßiges Schaumbild bringen. Es muß durch weitere Vergleichsmessungen bei Flüssigkeitsbelastung zwischen diesen beiden Böden festgestellt werden, welcher nun wirklich für den gedachten Fall sich am besten eignet.

Verteiler:

Fa. Heckmann & Langen  
Obering. Dr. Sackmann  
Obering. Keinke  
Dr. Korn  
Dr. Havemann  
Ing. Wolf  
Dr. Orlicek  
2 x Reserve

POOR  
COPY 41





Ammoniakwerk Merseburg  
 Gesellschaft mit beschränkter Haftung  
 Leipzig-Werk (Kraus Merseburg)

Glockenbodenversuch bei der Firma  
 Heckmann u. Langen in Breslau vom 29.12.43

Anwesen  
 von Le  
 Für di  
 von 2  
 gefund  
 tief s  
 N 9440  
 destil  
 tritt  
 senkre  
 einer  
 Die Ve  
 Abb. 1  
 der W  
 Luftw  
 mit ob  
 In Abb  
 artige  
 werte  
 auf de  
 Märan  
 Da des  
 Bodens  
 groß  
 noch  
 sich  
 diagnos  
 der To  
 7500 g  
 keßbe  
 wurde  
 möglic  
 recht  
 vollk  
 deutli  
 oben  
 78  
 Findb  
 des  
 127  
 3000

213062

Leuna Merse, den 3.1.1944

**Leistungsversuch eines Glockenbodens für eine Flüssigkeitsabscheidung bei der Phenoldestillation & Leuna, Prot. Nr. 49.12.1943**

Anwesend von genannter Firma: Herr Dipl.-Ing. Beckmann  
 Herr Prehl  
 Herr Kutzer  
 von Leuna: Herr Dipl.-Ing. Schagen

Für die Phenolrückstandsdestillation, die am Kopf bei einem absoluten Vakuum von 5 mm Hg. arbeitet, sollte ein Boden mit möglichst geringem Differenzdruck gefunden werden, um den Siedepunkt des Produktes in Stoff der Kolonne möglichst tief zu halten. Es war für diesen Zweck von Leuna ein Boden nach der Zeichnung N 9440 -4 vorgeschlagen, der gegenüber den bisher üblichen Böden der Phenoldestillation statt 195 Glocken 80  $\phi$  121 Glocken 125  $\phi$  enthält, um den Durchtrittsquerschnitt für die Dämpfe zu vergrößern. Der Abstand zwischen den Glocken, senkrecht zur Strömungsrichtung der Flüssigkeit, beträgt 20 mm, während er in einer um 27,5° geneigten Richtung 32,5 mm ist.

Die Versuchsergebnisse sind in den Kurven der Abb. 1 und 2 wiedergegeben. In Abb. 1 ist der Bodendifferenzdruck bei verschiedener Flüssigkeitsbelastung über der Windbelastung bzw. Windgeschwindigkeit aufgetragen. In Abb. 2 ist nur der Luftwiderstand des Bodens ohne Flüssigkeitsbelastung einmal mit Glocken und einmal ohne Glocken über der Windbelastung bzw. Windgeschwindigkeit aufgetragen.

In Abb. 3 sind die Luftwiderstände verschiedener Böden 2000  $\phi$  mit verschiedenartiger Glockenbesetzung und Glockenabmesser aufgetragen. Die Widerstandswerte für den Boden mit 105 Glocken 125  $\phi$  und 214 Glocken 80  $\phi$  wurden sowohl auf dem Versuchstand der Fa. Leuna & Langen als auch bei der Fa. Cansler, Merseburg, wobei gute Übereinstimmung der gemessenen Werte vorliegt.

Da der gemessene Boden mit 121 Glocken 125  $\phi$  eine ziemlich dichte Besetzung des Bodens mit Glocken hat, ist der Flüssigkeitsstand auf dem Boden verhältnismäßig groß. Hierdurch erklärt sich, daß die Strömung, bei der der Boden überall noch gleichmäßig arbeitet, verhältnismäßig hoch liegt. Bei der Messung ergaben sich Werte für die Gasbelastung von ca. 4000  $\frac{m^3}{h}$  Luft/h. Die den Betriebsbedingungen entsprechende Flüssigkeitsbelastung liegt für den Boden am Kopf der Kolonne bei ca. 120  $\frac{m^3}{h}$  Flüssigkeit/h. Bei dieser Flüssigkeitsbelastung wurde der Bodendifferenzdruck bei gleichmäßiger Arbeit merklich beeinflusst. Nur in den ersten Metern der über den ganzen Querschnitt ein gleichmäßiges Schwebbild herbeiführen konnte. Schon bei 10 - 12500  $\frac{m^3}{h}$  Luftbelastung traten recht grobe Spülschichten auf. Bei ca. 15000 bzw. 17000  $\frac{m^3}{h}$  Luft/h tritt ein vollkommenes Spülschichtenbild ein. Die einzelnen Glockengassen bleiben deutlich erkennbar. Die Flüssigkeit wird an einzelnen Stellen bevorzugt nach oben gedrückt. Bei einer Flüssigkeitsbelastung über dem Boden wurde durch einen Farbversatz festgestellt, daß die Flüssigkeit bei einer Flüssigkeitsbelastung von 2  $\frac{m^3}{h}$  und einer Windbelastung von ca. 1000  $\frac{m^3}{h}$  Luft/h am Kopf der Kolonne sich in einem Strömungsbild zeigte, das die Flüssigkeit in einem nach oben gerichteten Kanal bei 4  $\frac{m^3}{h}$  Flüssigkeitsbelastung nur 20 Sek., wobei die Flüssigkeit gleichmäßig über den ganzen Boden sich verteilte.

95

POOR COPY 41



21308

- 2 -

**Zusammenfassung:**

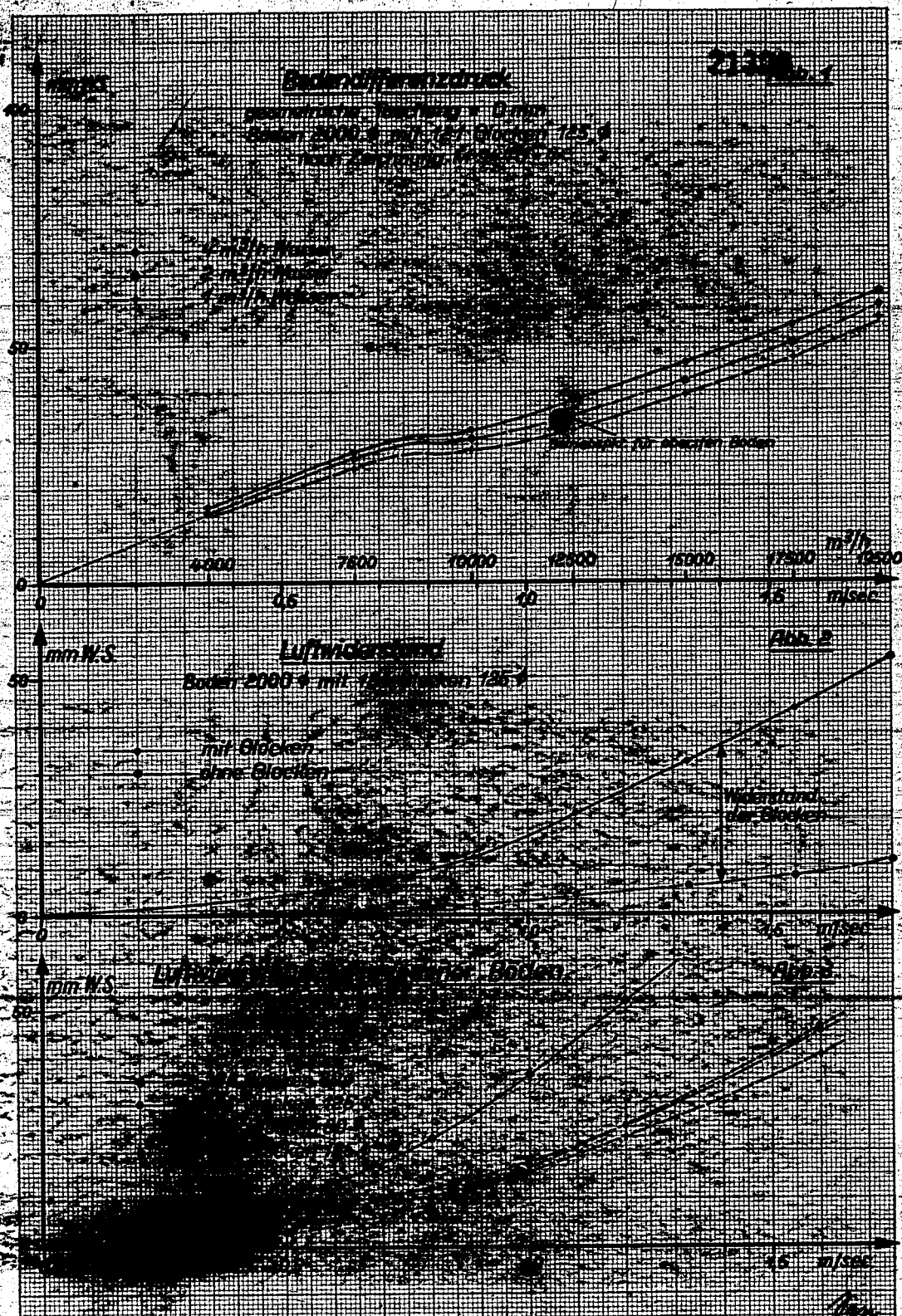
Die Widerstandswerte des gemessenen Bodens zeigen, daß diese nur bei geringerer Belastung ganz wenig unter denen durch ungerichtete Belastung herbeigeführten Bodens liegen. Da aber das Gebiet innerhalb Grenzen der Boden gut arbeitet, sehr begrenzt ist, kommt es als allgemeine Schlussfolgerung nicht in Frage, den den Karten der Abbildung 1 zu schließen, daß der gemessene Fall nur ein Boden mit 2% Clotter 80 oder ein Boden mit 2% Clotter 100 zur Anwendung. Wahrscheinlich wird die Belastung des Bodens durch die zu geben sein, da die Abbildung 1 die Belastung des Bodens durch die Abbildung 1 belegen. Es muß durch weitere Versuche festgestellt werden, welche der beiden Belastung zwischen diesen beiden Böden festzustellen werden, welcher nun wirklich für den gemessenen Fall sich am besten eignet.

**Verteiler:**

Dr. Neumann & Lange  
Obering. Dr. Sackmann  
Obering. Kohn

Dr. Kohn  
Dr. Sackmann  
Ing. Wolf  
Dr. Orlich  
2 x Kohn

POOR COPY 41



Ammoniakwerk Merseburg  
 Gesellschaft mit beschränkter Haftung  
 Leuna-Werke (Kreis Merseburg)

Glockenbodenversuch bei der Firma  
 Heckmann & Partner in Breslau vom 29.12.43

SK. 29.12.43

388 A4 (210x297 mm)

1/000

9x

POOR COPY 41

Ing.

Betr.

Auftrag

1. Ko.

Zu  
 in  
 da  
 je  
 Me  
 Dr  
 te  
 dr  
 wi  
 dr  
 (1  
 di  
 au  
 st

2. Au

Di  
 so  
 Ph  
 Au

3. Ko

Di  
 nu  
 Ko  
 Se  
 nu

Au  
 ti  
 20  
 Ph  
 Ko



*Phenol-Verfahren*

Ing. Wolf

Leuna Werke, den 29.12.1943 Boh.-

Aktennotiz

*Abt. 97*  
21309 *97*

Betr.: Besprechung über den weiteren Ausbau der Phenoldestillation  
in Me 992 und Me 983 am 23.12.1943

Anwesende: die Herren: Obering. Keinke  
Obering. Dr. Sackmann  
Dr. Korn  
Dr. Orlicek  
Dr. Havemann  
DI. Söhngen  
Ing. Wolf

1. Kontinuierliche Vordestillation in Me 992

Zur kontinuierlichen Trennung der Phenolsolvan-Extrakte (3000 Moto) in ein Grenzkathechinfreies Kopfprodukt und in ein phenolfreies Sumpffprodukt, soll in Me 992 eine Gaskolonne 2000 NW mit 20 Glockenböden aufgestellt werden. Dafür wird eine Heckmann-Kolonne, wie bereits in Me 983 vorhanden, bestellt, jedoch nur 2 Schüsse mit je 10 Böden. Die Kolonne kommt in Mittelfeld von Me 992 anstelle der früheren Blase 2 zur Aufstellung. Auf Vorschlag von Herrn Dr. Sackmann soll als Zwischenlösung zur Erreichung der erforderlichen Sumpftemperatur von 195°C bei 16 atü Dampf über ein Strömungsverdampfer in das Niederdrucknetz eingespannt werden, wobei das Dampf seine Überhitzungswärme entzogen wird. Die Wirtschaftlichkeit der späteren Verwendung von entspanntem Höchstdruckdampf, Entspannungsdruck 30 atü, oder die der Verwendung einer Wärmepumpe (10 t/h bei 30 atü) wird von Herrn Obering. Keinke noch festgestellt. Nach den bisherigen Überschlagsrechnungen von Herrn Obering. Keinke soll die Verwendung einer Höchstdruckdampfleitung nach Me 992 am wirtschaftlichsten und billigsten sein.

2. Ausschwitz-Kolonne

Die von Ausschwitz an uns abgetretene Gaskolonne 200 NW mit 45 Glockenböden soll für die diskontinuierliche Zerlegung bzw. für die Vordestillation von Phenolsolvan eingesetzt werden und kommt, wie bisher geplant, in Me 983 zur Aufstellung.

3. Kontinuierliche Zerlegung Me 983

Die bisherige Untersuchung von Herrn Dr. Orlicek zur Umstellung der diskontinuierlichen Zerlegung auf kontinuierliche, unter Verwendung der vorhandenen Kolonnen bieten noch wenig Anreiz für einen entsprechenden Umbau, da mit dieser Umstellung keine Kapazitätserweiterung gegenüber der bisherigen diskontinuierlichen Fahrweise (3000 moto) verbunden ist.

Auf Vorschlag von Herrn Dr. Korn wird deshalb Herr Dr. Orlicek noch eine kontinuierliche Zerlegung mit nur 3 hintereinander geschalteten Kolonnen von 2000 NW untersuchen, wobei das Sumpffprodukt der ersten Kolonne nur 1 - 2% Phenole enthalten soll. Die dem Kopf der ersten Kolonne nachgeschaltete zweite Kolonne soll als Kopfprodukt Resinphenol und als Sumpffprodukt o-Kresol liefern.

b.w.

21310

wobei das o-Kresol der Gasphase zu entnehmen ist, um ein helles Produkt zu erhalten. Der Surrogat dieser Kolonne wird in 1 zurückgeführt. Das phenolfreie Produkt der ersten Kolonne geht in eine nachgeschaltete dritte Kolonne, die als Kopfprodukt D A B 4 und als Sumpfprodukt Xylenol und Hörsiedende liefern soll.

Nach Abschluss dieser Arbeiten wird Herr Dr. Orlicek seine Untersuchungen in einem Bericht zusammenfassen.

Verteiler :

Herrn Obering. Dr. Sackmann  
" Obering. Geinke  
" Dr. Korn  
" Dr. Orlicek  
" Dr. Havemann  
" DI. Söhngen  
" Ing. Wolf

Akten No 22  
T.

*My*  
gez. Sackmann

Herrn

Gesch

Anwe

- 1) Dr. Sackmann
- 2) Dr. Orlicek
- 3) Dr. Havemann
- 4) Dr. Söhngen
- 5) Dr. Korn
- 6) Dr. Geinke
- 7) Dr. Wolf
- 8) Dr. Sackmann
- 9) Dr. Orlicek
- 10) Dr. Havemann



Herrn V. J. Kerber

**zum Verbleib**

Leuna Werke, den 20.5.1945 Kth/KL.

21311

**Besprechungsbericht vom 17.5. 1945**

**Sachverstand der Besprechung:** Schema der Phenolverlegung Zeichnung Nr. Az 5562a -1.  
Sonstige Fragen der Phenolverlegung.

Anwesend die Herren:

Obering. Keinke  
Dr. Havenmann  
Dr. Mittag  
Ing. Wolf  
Ing. Schwala  
Ing. Krüger

- 1) Die Kolonne I wird, entgegen der Festlegung im Besprechungsbericht vom 14.2.45, auch als Zerlegungskolonne gefahren. (Schaltung wie Kolonne II und III). Die Fertigproduktenleitung aus Tanklager bleibt, wie bisher vorgesehen,  $\approx 50$ .
- 2) Es wird für vorteilhafter angesehen, die Heizung der 500 m<sup>3</sup>-Behälter in die Behälter zu legen. Ausschlaggebend ist, daß der Brüher Phenolsolvan-Extrakt u.B. eine Temperatur von 40° C zur Flüssighaltung erfordert. Vorgeschlagen wird: Bodenschlange, keine Außenisolierung. Es soll noch geklärt werden, warum von Herrn D.I. Breckheimer Außenheizung vorgesehen wurde.
- 3) Die Anordnung der Probenentnahgestützen an den Umwälzpumpen wird wie in Leuna vorgesehen: Anschluß an die Entlüftungstutzen der Umwälzpumpen in einen kleinen Sammelbehälter. An diesem Anschluß für Vakuum und Entleerung.
- 4) Die Siebbleche der Siebtöpfe mit 3 mm Bohrung haben sich für den Durchgang des Produktes als zu ungünstig erwiesen. Größere Bohrungen lassen Abspitterungen usw. der Blasensummenierung hindurch. Die neuen Siebbleche erhalten große Bohrungen mit darüber gespanntem V2A-Sieb.
- 5) Die Schieber in der Umwälzleitung werden in Chromstahl ausgeführt.  
Die Schieber in der Druckleitung der Umwälzpumpen fallen fort.
- 6) Die Behälter 100 m<sup>3</sup> für Rückstände müssen bis auf 100° heizbar eingerichtet sein.
- 7) Für die Stopfbüchsen der Umwälzpumpen ist wie in Leuna Sperrstickstoff vorzusehen.
- 8) In der Rücklaufleitung sind 2 Meßscheiben vorzusehen:  
1 Messung im Ungang dazu für 0 - 2,5 m<sup>3</sup>/h  
1 Messung für 2,5 - 10 m<sup>3</sup>/h.
- 9) Für phenolhaltiges Wasser ist eine Leitung zur Phenolsolvananlage zu verlegen.
- 10) Die Verteilung der Saugleitungen an den Tanks für Fertigprodukte ist wie folgt zu ändern:  
Die Gruppeneinteilung bleibt wie auf dem Schema Az 5562a -1 vorgesehen. Für alle Behälter ist eine gemeinsame Saugleitung vorgesehen. Absperrung der einzelnen Gruppen durch Doppelventile. Für jede Gruppe kommt eine Pumpe zur Aufstellung. Leitungen stark steigend zu den Pumpen. Für jede Gruppe ist eine Entleerung in einen tiefstehenden Behälter vorzusehen.

POOR  
COPY 41

11) Die W  
direk  
sperr  
12) Zur S  
tung  
13) Der K  
1) ei  
2) Ze  
an  
14) An de  
Verst  
Sohau  
Flüss  
15) Nach  
näher  
desti  
des H  
Anlag  
die s

- 11) Die  $H_2$ -Ventile zur Aufhebung des Vakuums werden von der Schalttafel aus direkt bedient; durch Fernbetätigung mittels Preßluft läßt sich ein Absperrventil nicht einwandfrei betätigen.
- 12) Zur Sicherung der Vakuum-Pumpen gegen Überdruck bei geschlossener Druckleitung sind Sicherheitsventile NW 50 einzubauen.
- 13) Der Kühlwasserkreislauf wird abgesichert durch
  - 1) einen Alarm für Tiefstand in der Wasservorlage Pos. 18
  - 2) Zentrifugalrelais an den Pumpenmotoren (um das Ausfallen der Pumpen anzuzeigen.)
- 14) An dem Trennbehälter Pos. 11 ist vorzusehen:  
Verstellbarer Wasserüberlauf  
Sohauglas für Öl  
Flüssigkeitsstandglas zum Anzeigen der Trennschicht.
- 15) Nach Angaben des Herrn Obering. v. Lom darf eine Destillationsanlage nicht näher als 50 m an einer öffentlichen Straße stehen. Eine Verlegung der Phenoldestillation ist daher erforderlich. Bei dieser Neuordnung werden die Wünsche des Herrn Dr. Mittag in Bezug auf möglichst kurze Rohrleitung innerhalb der Anlage berücksichtigt. Das Konstruktionsbüro Me arbeitet neue Vorschläge aus, die zur endgültigen Stellungnahme nach As weitergeleitet werden.



Phocae Rivertand Aufhorstung

~~Phocae Rivertand~~

Dünensandbank 2000 kg

21313 97

Mul Sen 140

10 to Kumpfer bis 30 to AS am Kopf

Abstände 201 in AP auf 48 Delle = 4,15 m AP/Delle

= 56,5 m WS/Reihe

$$= 2000 \text{ Nm}^2/\text{Reihe}$$

$$\frac{2000 \cdot 735 \cdot 400}{30 \cdot 270} = 74000 \text{ m}^2 \text{ Kumpfer/Reihe}$$

oben

v = 0,3 m/Reihe

$$10 = 30 \sqrt{\frac{0,95 \cdot 400}{1,07 \cdot 0,044}}$$
$$v = 30 \cdot 1,0$$

$$\frac{3,05}{4,05}$$

unten

$$\frac{0,95 \cdot 420}{1,07 \cdot 0,31}$$

$$v = 30 \cdot 3,5 = 1,1 \text{ m}$$

$$\frac{22,7 \cdot 10,0 \cdot 420 \cdot 2,3}{1,07 \cdot 270 \cdot 2,3} = 10,000 \text{ m}^2/\text{Reihe}$$
$$= 0,18 \text{ m/Reihe}$$

Phocae Mul Sen 9,4  
10 to Kumpfer

100 to am Kopf

270 to am Kumpfer

270 to am Kumpfer

f = 12,0 to am Kopf

$$v = 32 \sqrt{\frac{1 \cdot 393}{0,4 \cdot 0,136}}$$

$$= 1,8 \text{ m/Reihe}$$

$$= 2,2 \text{ m}$$

in Position

$$\begin{matrix} 0,3 \text{ m} \\ 4,0 \text{ m} \\ 2,5 \text{ m} \\ \hline 2,4 \text{ m} \end{matrix}$$





Hydrirung  
Niederdruck

Leuna-Werke, den 3. April 1944  
Dr. Rem/Schm.

21314

*Phenol*

*Rem/Schm*

Aktenvermerk

Betr.: Anfall von Phenolrückständen und ihrer Beseitigung.

In den letzten Monaten ist wiederholt auf die unzulässig hohen Phenolwerte auf der Halde hingewiesen worden. In einer Besprechung am 17.2.44 in Ms 26 ist beschlossen worden, zur Beseitigung dieser unhaltbaren Situation 2 Projekte in Höhe von über 195 000 RM (Eisenbedarf 157 t) einzureichen. Bei Verwirklichung dieser Projekte würde erreicht werden, daß die Phenolwässer praktisch phenolfrei auf die Halde gehen. Aus den Anlagen zu den letzten Monatsberichten über Anfall und Beseitigung der Phenolwässer geht aber hervor, daß dann trotzdem mit weiteren Phenolschwierigkeiten auf der Halde zu rechnen sein wird. Von den insgesamt auf die Halde gehenden Phenolen machen nämlich die eigentlichen Phenolwässer nur 30 bis 40% aus. Die restlichen 60 bis 70% entfallen auf die Rückstände der Phenolatlaugeaufbereitung Me 288, welche im Gegensatz zu den Phenolwässern direkt zur Halde gehen. Diese Rückstände enthalten Phenole in verhältnismäßig konzentrierter Form (über 1 000 mg/l) und würde auch nach Durchführung der oben erwähnten Projekte die Halde weiter belasten. Es wird deshalb hiernit angeregt, folgende Frage zu prüfen:

einen

Wenn die Verbesserung der Phenolbeseitigung nun schon einmal nicht unerheblichen Aufwand an Kosten, Material und Arbeitsstunden erforderlich macht, ist es dann nicht zweckmäßiger, diesen Aufwand zur Beseitigung der Rückstände der Phenolatlaugeaufbereitung einzusetzen, statt zur weiteren Verbesserung der schon jetzt verhältnismäßig guten Entphenolierung der Phenolwässer, zumal die Schwierigkeiten in der Tri-Entphenolierung jetzt im Wesentlichen behoben zu sein scheinen.

Dr. Wustrow  
O. I. Wolfram  
O. I. Keinke  
O. I. Wolf  
Dr. Zepf  
Dr. Seyb  
Bautechnische-Abteilung  
Abteilung Hochdruck  
Abteilung Niederdruck  
Hy-Zentralbüro  
Hy-Niederdruckbüro

Energie  
bluft- u. Abwass  
Sb./s.

Bespre

Teilneh

Betr.:

Zuge  
Neust. B  
kg/T

1 300  
3 000  
4 000

Aus der  
Becken  
gestieg  
den wur  
gehende  
gang ei  
beobach  
Zeit ta  
herstel  
so hoch  
rückst  
Die Erm  
der Weg  
lich kü  
abbau z

Die Phe  
sodaß z  
dieser

Um die  
wurden

1. Nach  
geringe  
haltes  
den kön  
begast

Statt d  
Zutlast  
Zukunft  
Monat 2  
700 kg

*Rem*

POOR COPY 41

Phenolrückstände 97

Energie-Abteilung  
Luft- u. Abwasserüberwachung  
Sb./a. 427

Leuna-Werke, den 23. Februar 1944 Fr.

*Herrn Wingen*  
21315

Besprechungsbericht.

Besprechung in Nr 26 am 17.2.1944

Teilnehmer: Dr. Wustrow, OI. Wolfrom, Dr. Zepf, OI. Keinke, Dr. Augsten,  
OI. Schindler, Dr. Fröhlich, Dr. Pattenhausen, DI. Oehler,  
Dr. Bemann, DI. Thyrock, OI. Wolf, Dr. Dorsch, Dr. Seyb.

Betr.: Anfall von Phenolrückständen und ihre Beseitigung.

Zugang Neust. Becken kg/Tg.	je to Staub geb. Phenolm. in kg	Abgang Neust. B. mg/l	Abgang Halde mg/l	Abgang Daspig mg/l
1 300	4	1,5	2,0	0,5
3 000	10	2 - 5	10 - 30	0,7 - 1,5
4 000	14	10 - 40	30 - 50	3 - 5

Aus der vorstehenden Übersicht geht hervor, daß die dem Neustädter Becken zugeleitete Phenolmenge von Ende 1942 bis Ende 1943 erheblich angestiegen ist. Obwohl je to Staub eine immer größere Phenolmenge gebunden wurde, ist trotzdem die Konzentration an Phenol in dem zur Halde gehenden Abwasser merklich angestiegen. Die Tatsache, daß im Haldenabgang ein noch höherer Phenolwert gefunden wird, ist seit der Zeit zu beobachten, als die Halde wegen Reinigung der Ablauf-Leitungen längere Zeit tagsüber außer Betrieb war. Nachdem nun aber 4 Monate nach Wiederherstellung des normalen Betriebes auf der Halde die Werte immer noch so hoch liegen, scheint der Umstand eine Rolle zu spielen, daß Phenolrückstände von einigen Betrieben unmittelbar zur Halde gegeben werden. Die Ermittlungen hierüber sind z. Zt. noch im Gang. Dazu kommt noch, daß der Weg des Phenolwassers auf der Halde im Vergleich zu früher erheblich kürzer geworden ist, sodaß ein geringerer Zeitraum für den Phenolabbau zur Verfügung steht.

Die Phenolwerte im Abwasser in Daspig sind ebenfalls stark angestiegen, sodaß zumal bei geringer Wasserführung der Saale der Phenolgehalt in dieser deutlich erhöht wird.

Um die ungünstigen Verhältnisse in der Phenolbeseitigung zu verbessern, wurden drei Vorschläge gemacht.

1. Nach dem 1. Vorschlag sollen etwa 30 m<sup>3</sup> Phenolwasser, welche einen geringen Phenolgehalt haben (400 mg/l), aber wegen ihres hohen H<sub>2</sub>S-Gehaltes nicht unmittelbar von der Hy zum Neustädter Becken gegeben werden können, aus dem Phenol-Starkwasser herausgenommen, mit Kohlensäure begast und dann dem Neustädter Becken zugeleitet werden.

Statt dessen können etwa 7 m<sup>3</sup> Phenolwasser stündlich, welche heute zur Entlastung der Tri-Anlage in das Dünnphenolwasser geschickt werden, in Zukunft in der Tri-Anlage mit aufgearbeitet werden. Dadurch werden je Monat 20 to Phenol zusätzlich gewonnen und das Neustädter Becken um 700 kg Phenol je Tag entlastet.

*Herrn O. Keinke*

*Neg.*

2. Nach d  
häuser mi  
der Asche  
gebraucht  
Überbrück  
könnten a  
in Kauf z  
Wasser mi

3. Der 3.  
Phenolwas  
to Staub  
80% des a  
die Entla  
und der E

Vorschl. 1

2  
3

Der Vorsch  
Entlastun  
dem wird  
trierten  
aufzufang  
Phenolwas  
den sich  
gelegt we

Der Vorsch  
diesen Zw  
ge Beseit  
jedoch da  
dung ausz  
Stellung  
dem Ausla

Di  
der Vorsch  
staubes z

Es  
zureichen  
langen Li  
1 oder 3

Abteilun  
Dr. Wustr  
Übering.  
Übering. K  
Dr. Zepf

POOR COPY 41



2. Nach dem 2. Vorschlag soll die Kesselhausaasche einiger 16 atü Kesselhäuser mit Phenoldünnwasser zur Halde gedrückt werden. Da zum Abdrücken der Asche Phenolwasser jedes Mal in größeren Mengen für einige Stunden gebraucht wird, während es laufend in kleinen Mengen anfällt, soll zur Überbrückung ein Intze-Behälter eingeschaltet werden. Im günstigsten Fall könnten auf diese Weise 2 000 kg Phenol/Tag beseitigt werden. Dabei wäre in Kauf zu nehmen, daß beim Umstellen der Strahlapparate zeitweise ein Wasser mit etwa 1000 mg/l Phenol auf die Halde gelangt.

3. Der 3. Vorschlag geht davon aus, daß bei intensiven Vermischen von Phenolwasser mit trockenem Winklerstaub dieser bis zu 30 kg Phenol je to Staub binden kann. Die zur Verfügung stehende Staubmenge würde über 80% des anfallenden Phenols binden können. In der folgenden Übersicht sind die Entlastungen, welche die drei Vorschläge bringen, sowie ihre Unkosten und der Eisenbedarf gegenüber gestellt:

Vorschlag	Besondere Bega- bung v. Phenolw.	Phenolentlastung kg je Tag	Kosten RM		Eisenbedarf to	
			ETA	BTA	M	K
1	Besondere Bega- bung v. Phenolw.	700	70000	25000	57	10
2	Anschluß eines Intze- Behälters	2000	64000	16000	37	15
3	Mischanlage für Phenolwasser und Winklerstaub	3000-4000	85000	15000	80	10

Der Vorschlag 1 bringt zwar in der Phenolbeseitigung nur eine geringe Entlastung, immerhin würden 20 to Phenol/Monat zusätzlich gewonnen. Außerdem wird der Betrieb in die Lage gesetzt, Stöße im Anfall des konzentrierten Phenolwassers, welche z.B. bei erhöhter Bereitschaft auftreten, aufzufangen, wozu er heute nicht in der Lage ist. Die für die Hy und die Phenolwasseraufbereitung Me 288 aufgeführten Kostenschätzungen unterscheiden sich um den Betrag der Abgasleitung, welche von der Hy nach Me 288 gelegt werden müßte. Das oben eingestrichene Kostenstück, welche zu Me 288 entstehen würden.

Der Vorschlag 2 läßt sich nicht durchführen, da ein Intze-Behälter für diesen Zweck nicht zur Verfügung gestellt werden kann. Eine behelfsmäßige Beseitigung kann von der Dampfzentrale nicht eingerichtet werden. Um jedoch das Unverbrannte in der Asche der 16 atü Kessel für die Phenolbindung auszunutzen, wird die Bauabteilung nochmals gebeten, zu der Frage Stellung zu nehmen, ob man nicht den Auslauf des Neustädter Beckens mit dem Auslauf der Ascheleitung von 16 atü-Kesselhäusern zusammenführen kann.

Die bei weitem größte Entlastung in der Phenolbeseitigung bringt der Vorschlag 3. Er ermöglicht gleichzeitig etwa die Hälfte des Winklerstaubes zum Verbrennen unter den Kesseln der Dampfzentrale freizumachen.

Es wurde beschlossen, sowohl das Projekt 1 als auch Projekt 3 einzureichen. Die für Projekt 1 benötigten Kompressoren müssen wegen der langen Lieferzeit möglichst bald bestellt werden. Ob im übrigen Projekt 1 oder 3 zuerst ausgeführt wird, soll nach Genehmigung entschieden werden.

Verteilung: Herren

Dr. Wustrow	Hochdruck
Obering. Wolfram	Niederdruck
Obering. Keinke	Hydrierung
Dr. Zepf	Obering. Wolf
	Dr. Viktorin

21317

Leuna-Werke, den 2.2.1944 Rth/Bg.

Aktennotiz

Besprechung in Zimmer 494 am 2.2.1944

Anwesend waren die Herren: Dr. Havemann  
D.I. Söhngen  
Ing. Wolf  
Ing. Lange

Gegenstand der Besprechung: Rohphenolölraffination Süd Me 992

Mit der Planung der Kolonne ist man einverstanden, nur soll die Kolonne bzw. die Heizung und die Pumpen für eine Leistung von 8 m<sup>3</sup>/h Destillat, d.s. das 2-fache des Soll, ausgelegt werden. Es sollen somit 4 Pumpen von 10 m<sup>3</sup>/h Leistung mit 30 m WS bestellt werden. Der Ölaufheizer soll aus unlegiertem Werkstoff angefertigt werden und möglichst mit Heizschlange. Aufheizen des ankommenden Öles bis auf etwa 140°C. Über die Art der Aufheizung für den Verdampfer konnte noch kein Entschluß gefaßt werden, gegenüber der Diphenylheizung verhält man sich ablehnend, eine Fernheizung sehe man am liebsten, da man hiermit evtl. auch die Blasen in der Rückstandaufbereitung heizen könnte. Es soll untersucht werden, wie der vorhandene Verdampfer für die Kolonne für 30 atü umgestaltet werden muß.

*Lange*

*Mgn*

Verteiler: Herr Dr. Havemann  
" D.I. Söhngen  
" Ing. Wolf  
" Ing. Lange

POOR  
COPY 41



*Apk. Kammwöl*

97

Leuna-Werke, den 2.2.1944 Rth/Bg.

21318

Aktennotiz

Besprechung in Zimmer 494 am 2.2.1944

Anwesend waren die Herren: Dr. Havemann  
D.I. Schagen  
Ing. Wolf  
Ing. Lange

Gegenstand der Besprechung: Rohphenolraffination Süd Nr. 992

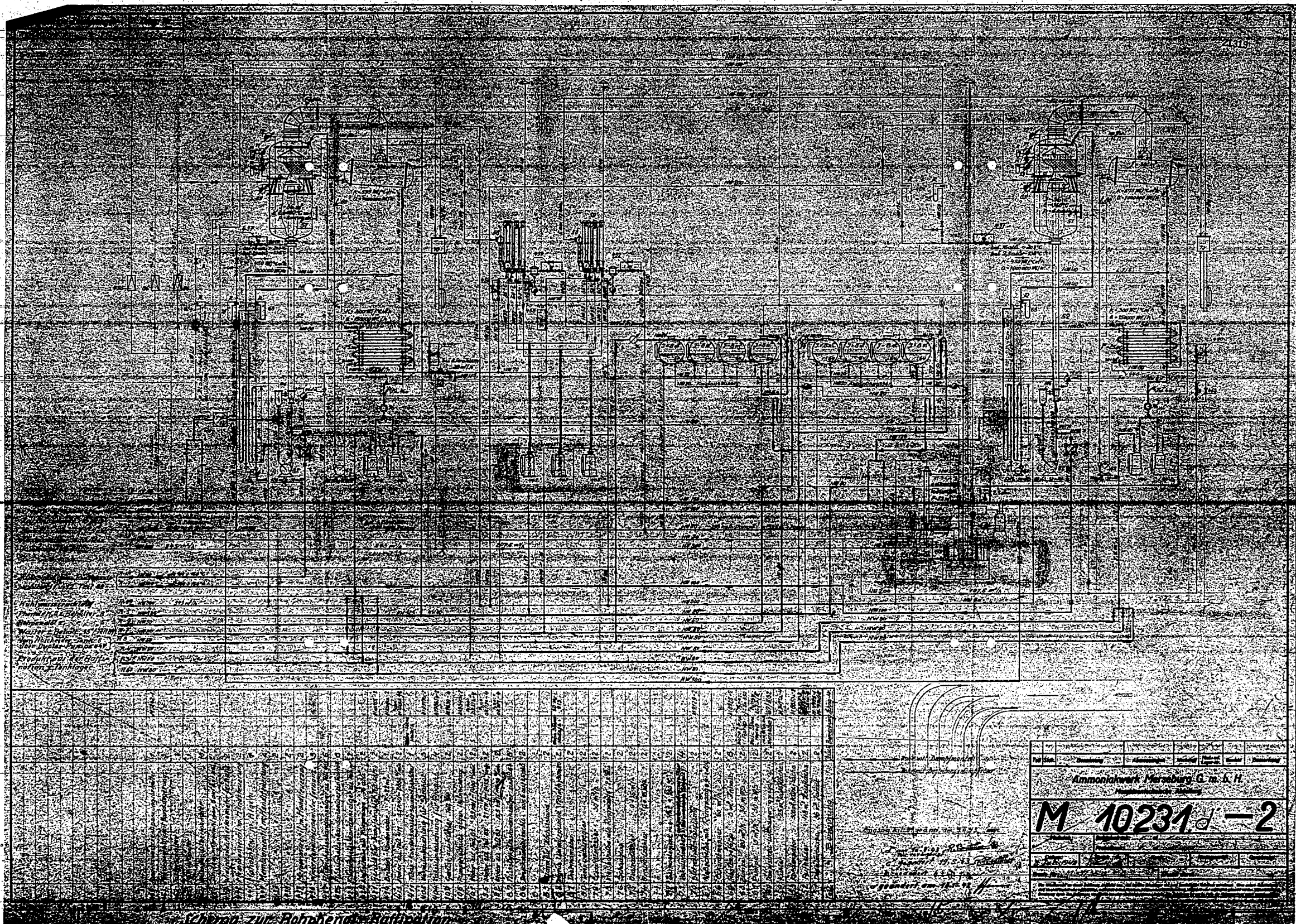
Mit der Planung der Kolonne ist man einverstanden, nur soll die Kolonne bzw. die Heizung und die Pumpen für eine Leistung von 8 m<sup>3</sup>/h Destillat, d.h. das 2-fache des Soll, ausgelegt werden. Es sollen somit 4 Pumpen von 10 m<sup>3</sup>/h Leistung mit 30 m WS bestellt werden. Der Ölaufheizer soll aus unlegiertem Werkstoff angefertigt werden und möglichst mit Heisschlange. Aufheizen des ankommenden Öles bis auf etwa 140°C. Über die Art der Aufheizung für den Verdampfer konnte noch kein Entschluss gefasst werden, gegenüber der Diphenylheizung verhält man sich ablehnend, eine Fernheizung sehe man am liebsten, da man hiermit evtl. auch die Blasen in der Rückstandaufbereitung heizen könnte. Es soll untersucht werden, wie der vorhandene Verdampfer für die Kolonne für 30 atü umgestaltet werden muß.

*Lange*

Verteiler: Herr Dr. Havemann  
" D.I. Schagen  
" Ing. Wolf  
" Ing. Lange

*Ngn*

POOR  
COPY 41



1. ...  
 2. ...  
 3. ...  
 4. ...  
 5. ...  
 6. ...  
 7. ...  
 8. ...  
 9. ...  
 10. ...  
 11. ...  
 12. ...  
 13. ...  
 14. ...  
 15. ...  
 16. ...  
 17. ...  
 18. ...  
 19. ...  
 20. ...  
 21. ...  
 22. ...  
 23. ...  
 24. ...  
 25. ...  
 26. ...  
 27. ...  
 28. ...  
 29. ...  
 30. ...  
 31. ...  
 32. ...  
 33. ...  
 34. ...  
 35. ...  
 36. ...  
 37. ...  
 38. ...  
 39. ...  
 40. ...  
 41. ...  
 42. ...  
 43. ...  
 44. ...  
 45. ...  
 46. ...  
 47. ...  
 48. ...  
 49. ...  
 50. ...  
 51. ...  
 52. ...  
 53. ...  
 54. ...  
 55. ...  
 56. ...  
 57. ...  
 58. ...  
 59. ...  
 60. ...  
 61. ...  
 62. ...  
 63. ...  
 64. ...  
 65. ...  
 66. ...  
 67. ...  
 68. ...  
 69. ...  
 70. ...  
 71. ...  
 72. ...  
 73. ...  
 74. ...  
 75. ...  
 76. ...  
 77. ...  
 78. ...  
 79. ...  
 80. ...  
 81. ...  
 82. ...  
 83. ...  
 84. ...  
 85. ...  
 86. ...  
 87. ...  
 88. ...  
 89. ...  
 90. ...  
 91. ...  
 92. ...  
 93. ...  
 94. ...  
 95. ...  
 96. ...  
 97. ...  
 98. ...  
 99. ...  
 100. ...

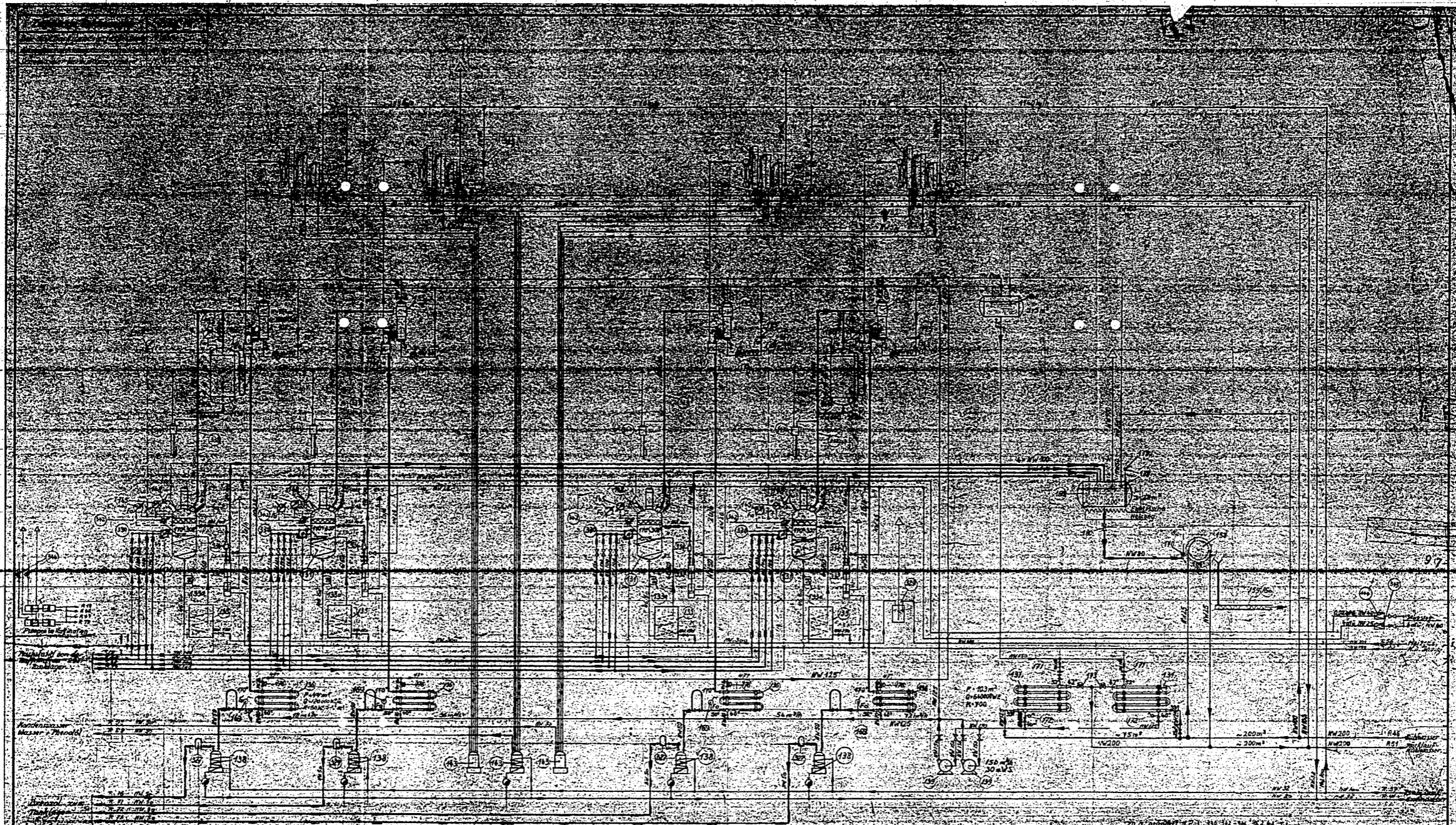
Ammoniakwerk Merseburg G. m. b. H.  
 M 10231 d - 2  
 1. ...  
 2. ...  
 3. ...  
 4. ...  
 5. ...  
 6. ...  
 7. ...  
 8. ...  
 9. ...  
 10. ...  
 11. ...  
 12. ...  
 13. ...  
 14. ...  
 15. ...  
 16. ...  
 17. ...  
 18. ...  
 19. ...  
 20. ...  
 21. ...  
 22. ...  
 23. ...  
 24. ...  
 25. ...  
 26. ...  
 27. ...  
 28. ...  
 29. ...  
 30. ...  
 31. ...  
 32. ...  
 33. ...  
 34. ...  
 35. ...  
 36. ...  
 37. ...  
 38. ...  
 39. ...  
 40. ...  
 41. ...  
 42. ...  
 43. ...  
 44. ...  
 45. ...  
 46. ...  
 47. ...  
 48. ...  
 49. ...  
 50. ...  
 51. ...  
 52. ...  
 53. ...  
 54. ...  
 55. ...  
 56. ...  
 57. ...  
 58. ...  
 59. ...  
 60. ...  
 61. ...  
 62. ...  
 63. ...  
 64. ...  
 65. ...  
 66. ...  
 67. ...  
 68. ...  
 69. ...  
 70. ...  
 71. ...  
 72. ...  
 73. ...  
 74. ...  
 75. ...  
 76. ...  
 77. ...  
 78. ...  
 79. ...  
 80. ...  
 81. ...  
 82. ...  
 83. ...  
 84. ...  
 85. ...  
 86. ...  
 87. ...  
 88. ...  
 89. ...  
 90. ...  
 91. ...  
 92. ...  
 93. ...  
 94. ...  
 95. ...  
 96. ...  
 97. ...  
 98. ...  
 99. ...  
 100. ...

Schraube zur Bohrung des Aufhanges







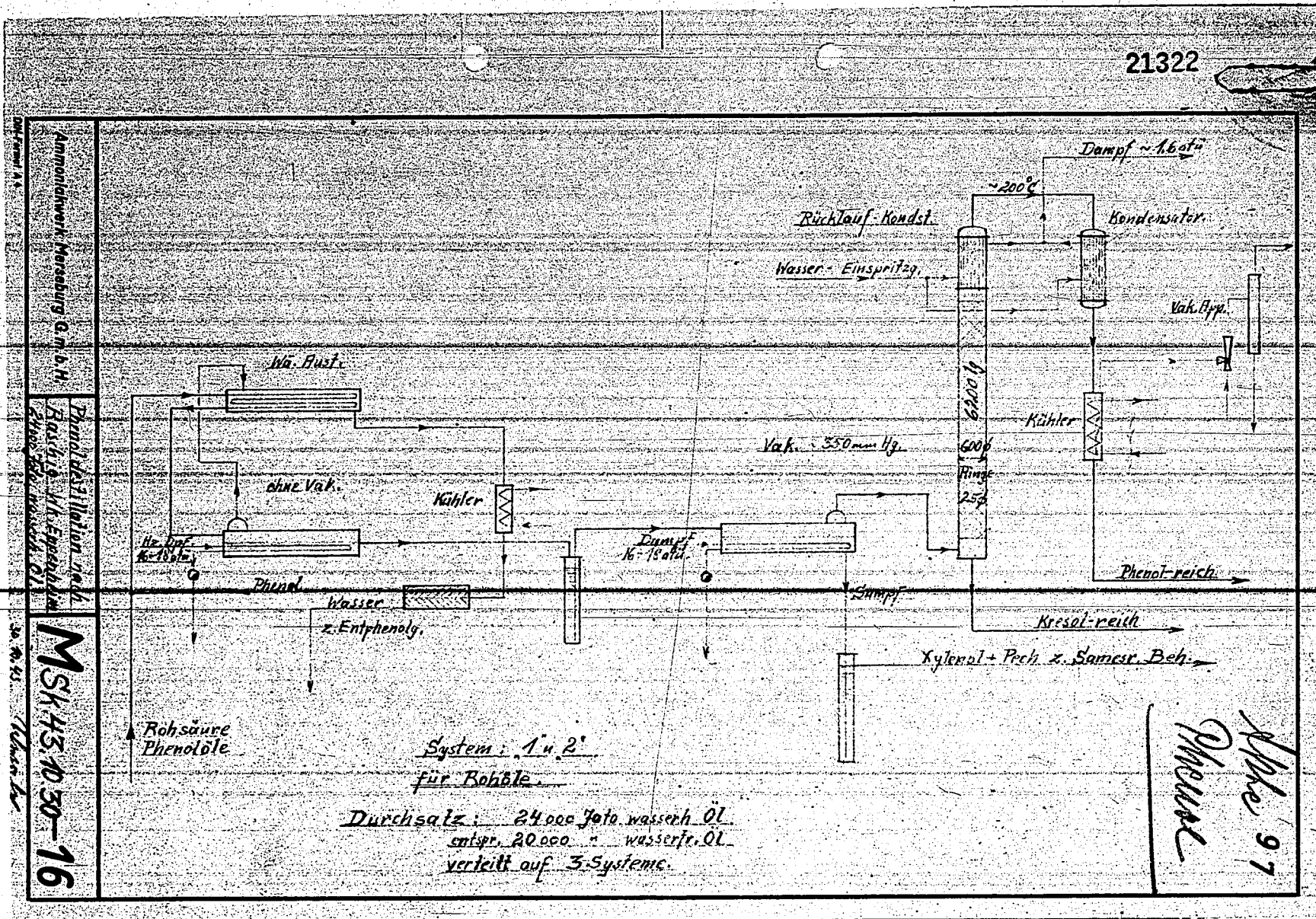


List of components and their specifications		List of components and their specifications		List of components and their specifications		List of components and their specifications		List of components and their specifications		List of components and their specifications	
110	...	111	...	112	...	113	...	114	...	115	...
116	...	117	...	118	...	119	...	120	...	121	...
122	...	123	...	124	...	125	...	126	...	127	...
128	...	129	...	130	...	131	...	132	...	133	...
134	...	135	...	136	...	137	...	138	...	139	...
140	...	141	...	142	...	143	...	144	...	145	...
146	...	147	...	148	...	149	...	150	...	151	...
152	...	153	...	154	...	155	...	156	...	157	...
158	...	159	...	160	...	161	...	162	...	163	...
164	...	165	...	166	...	167	...	168	...	169	...
170	...	171	...	172	...	173	...	174	...	175	...
176	...	177	...	178	...	179	...	180	...	181	...
182	...	183	...	184	...	185	...	186	...	187	...
188	...	189	...	190	...	191	...	192	...	193	...
194	...	195	...	196	...	197	...	198	...	199	...
200	...	201	...	202	...	203	...	204	...	205	...

Ammoniakwerk Marsburg G. m. b. H.  
**M 10751 -2**



21322



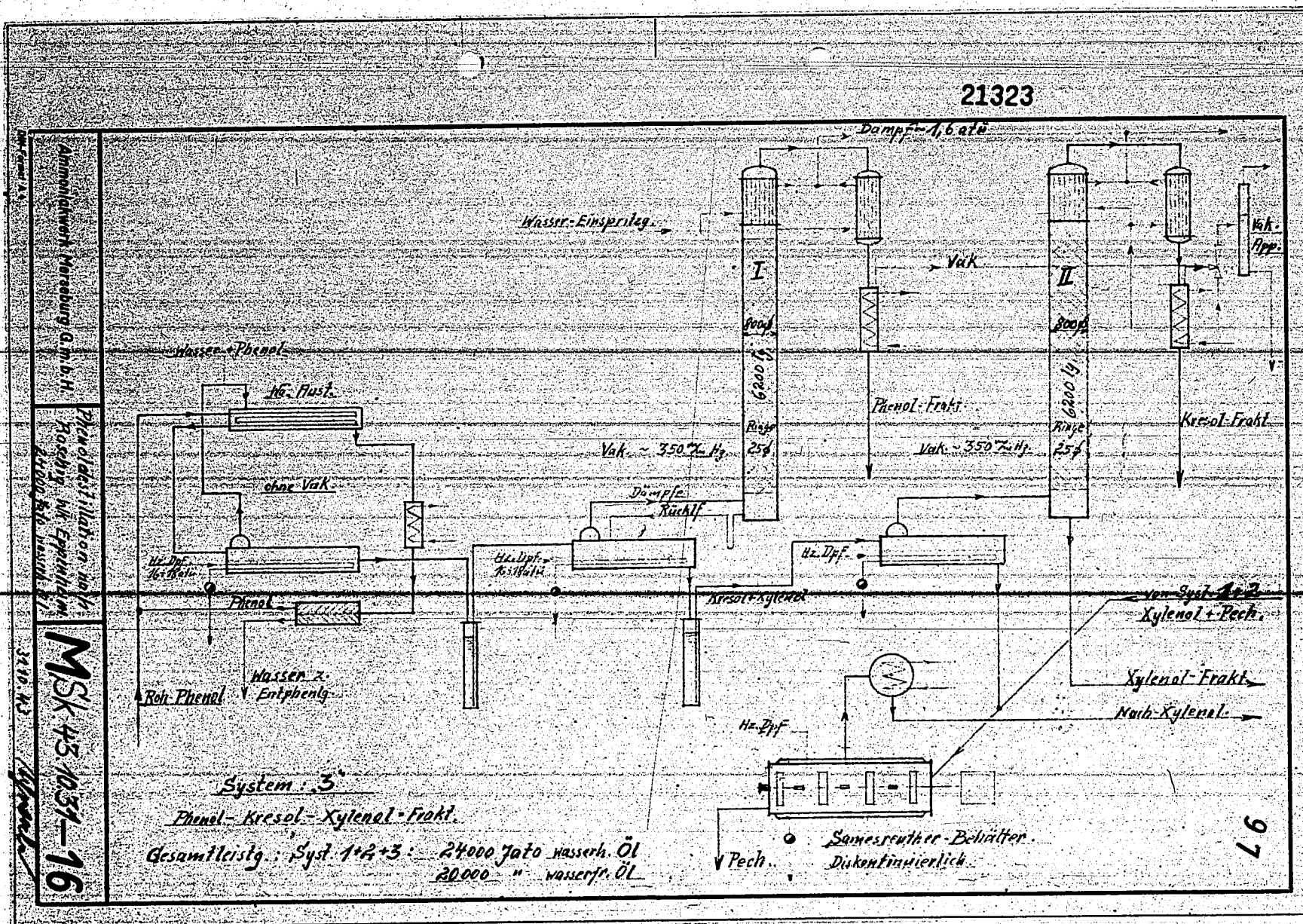
Ammoniakwerk Merseburg G. m. b. H.  
Phenoldestillation  
Rohsaure Phenolöle  
MSK 43.10.30-16

Phenol 97

Ammoniakwerk Merseburg G. m. b. H.  
Phenoldestillation  
Rohsaure Phenolöle  
MSK 43.10.30-16

POOR COPY 41

21323



Anmolenwerk Merseburg G.m.b.H.

Phenoldestillationsanlage  
Rochberg im Erzgebirge  
Hilfs- und Neben-Apparatur

MSK 43 1034-16

System 3  
Phenol-Kresol-Xylenol-Frakt.  
Gesamtleistung: Syst. 1+2+3: 24000 Tonn Wasserh. Öl  
20000 " Wasserf. Öl



*Mr. Phaul 97*

*Mr. p* Herrn OI. Keinke } mit  
" Dr. Korn } Zeich-  
" Dr. Havemann } nung  
Zentralbüro  
Büro Serini

21324

Dr. F. Raschig G.m.b.H.  
Chemische Fabrik

Espenhain Bes. Leipzig

Dr. D/Fr. 3.11.43

Org. Abt. II/Kn. 11.11.1943 Br.  
2934/43

Phenolfabrik Espenhain.

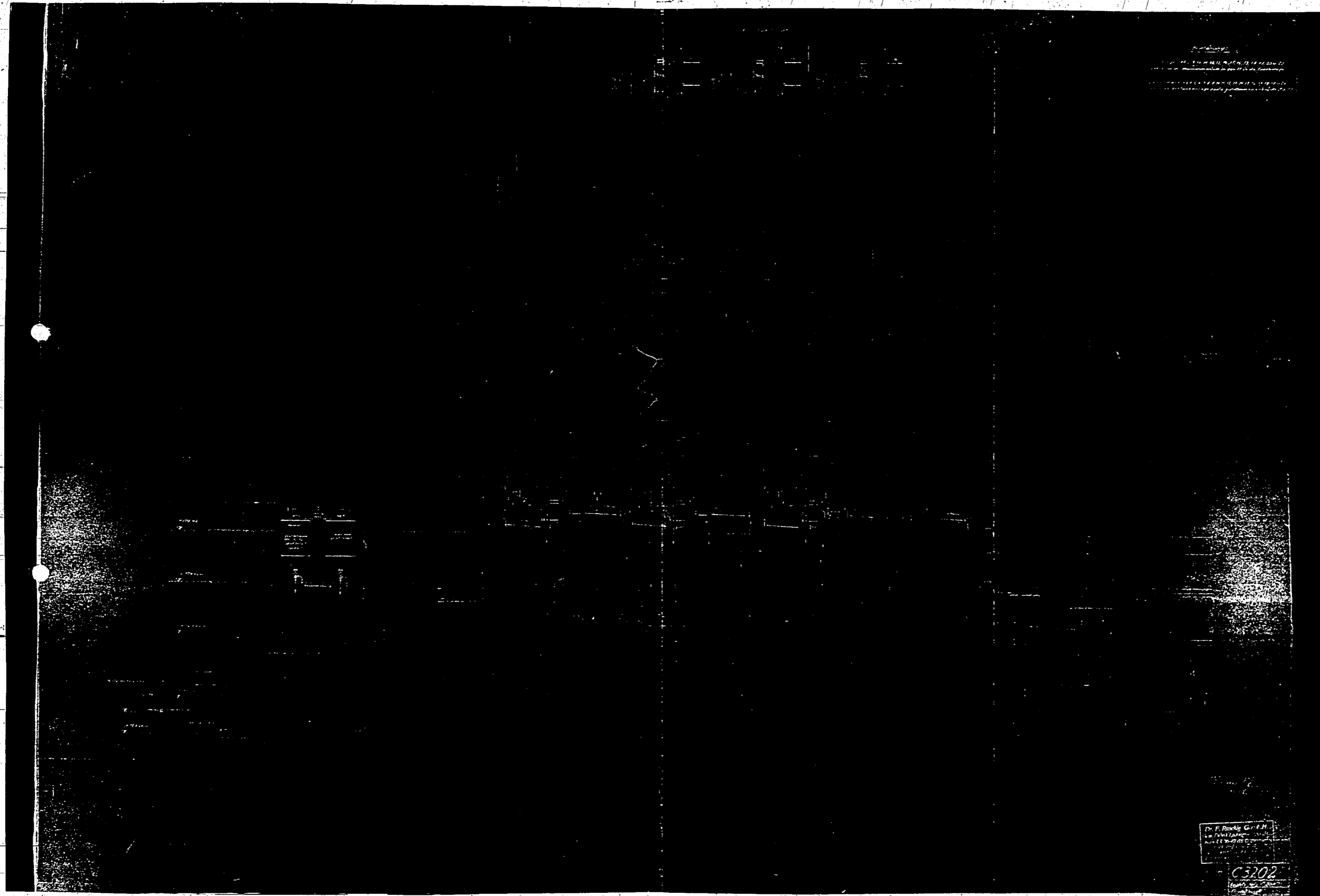
Wir bestätigen den Erhalt der uns mit Ihrem vorgenann-  
ten Schreiben übersandten Zeichnung und sagen Ihnen für  
deren Übermittlung unseren besten Dank.

Heil Hitler!

AMMONIAKWERK MERSEBURG  
Gesellschaft mit beschränkter Haftung

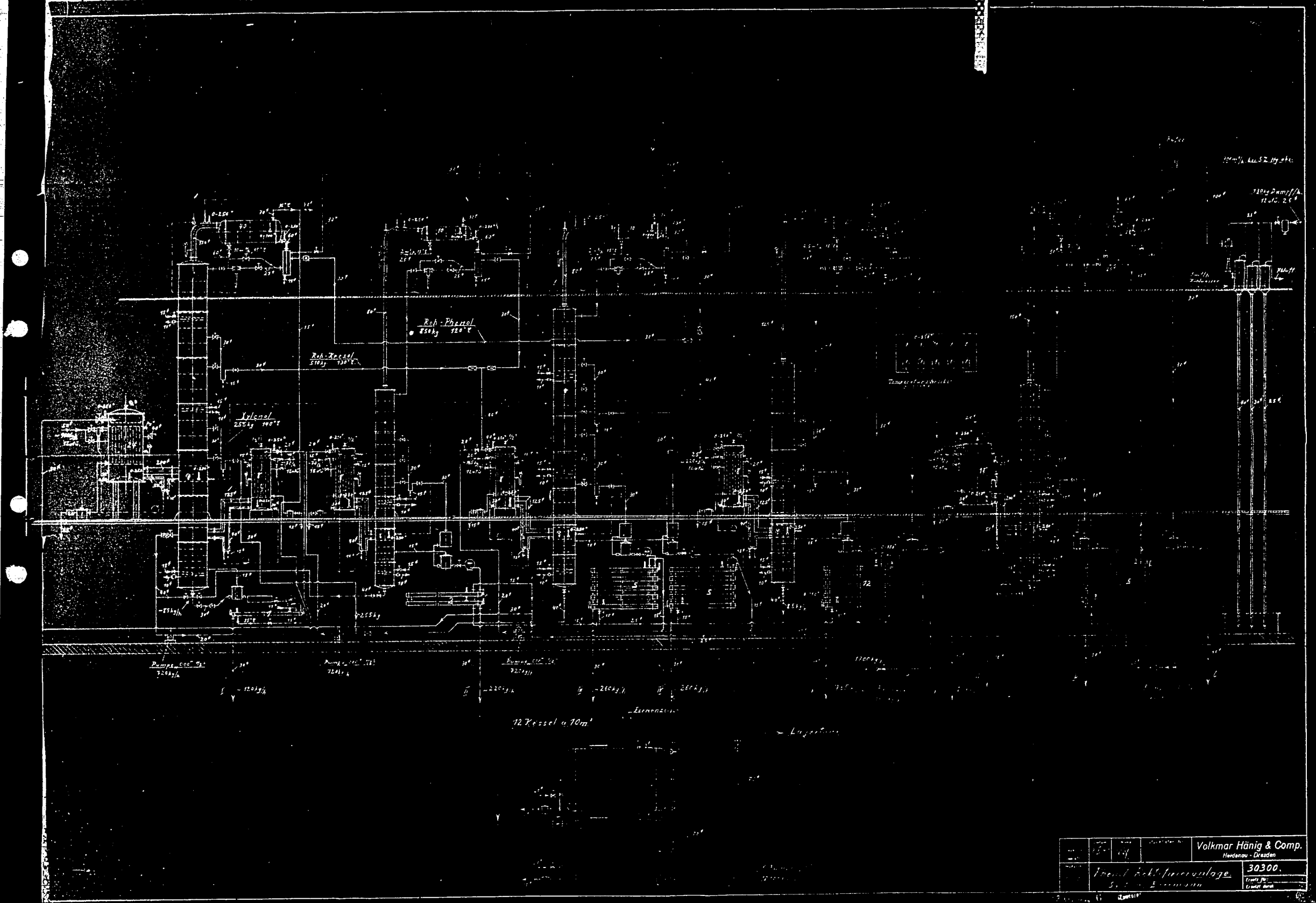
POOR  
COPY

41



POOR COPY 41





POOR COPY 41

*Alte Phantasie* 97  
Herrn OI. Keim } mit  
" Dr. Kern } Brief  
" Dr. Havemann } mündl.  
Zentralbüro  
Büro Serini

21327

Einschreiben

Herrn  
Dir. Dr. Hesse  
in Fa. Aug. Nowack A.G.

Deutsch

Dr. H/Ab. 20.10.43

Org. Abt. II/Kn. 11.11.1943 Br.  
2935/43

Kontinuierliche Phenol-Rektifizier-Anlage, System  
Betzmann.

In der Anlage senden wir Ihnen die uns mit Ihrem vor-  
genannten Schreiben übermittelte Notpaase 20 300 der  
Firma Volkmar Knaig & Co., Heidenau-Branden, nach Ein-  
sichtnahme mit bestem Dank zurück.

Heil Hitler!

AMMONIAKWERK MERSEBURG  
Gesellschaft mit beschränkter Haftung

1 Anlage

POOR  
COPY 41



*Phenolöl Raffination*

Herrn Dr. B e r n s ,

21328

Nr. 26.

Sa/Wa.

6.10.1941, Th.

Bauvorhaben Nr. 992 Phenolölraffination,  
hiernu Zeichnung N 9206a-2.

Zur Nachsicherung der Luftschutz-Unbedenklichkeitserklärung für unser obiges Bauvorhaben geben wir Ihnen nachstehend die gewünschten Daten bekannt:

In der Phenolölraffinations-Anlage werden die Roh-Phenolöle, die Wasser und Kohlensäure-Natriumsalze gelöst enthalten, unter hohem Vakuum isoliert.

Wie Sie aus der Zeichnung N 9206a-2, die sich bereits in Ihrem Besitz befindet, ersieht, soll der Bau in Stahlkonstruktion erstellt werden. Er besteht aus Erdgeschoß mit darüberliegenden Bühnen.

Im Erdgeschoß, das ringsum von Mauerwerk umgeben ist, befindet sich der Bedienungsraum und die Pumpenstube. Auf der ersten Zwischenbühne + 4000 werden die Destillatkühler aufgestellt. Auf der darüberliegenden Bühne + 8000 finden im wesentlichen 8 Absichtsbehälter zur Trennung des Vorlaufes in Öl und Wasser Aufstellung. Beide Bühnen sind nach allen Seiten offen.

Auf der Bühne + 12000 werden in einem ummauerten Feld die Dampfstrahler zur Erzeugung des Vakuums aufgestellt. Auf dem offenen Feld dieser Bühne sollen noch 2 kleine Apparaturen zur Trocknung des wasserhaltigen Vorlauföls aufgestellt werden.

Die obere Bühne + 16000 ist ebenfalls offen. Auf ihr stehen 2 Destillationsblasen mit danebenliegenden Kondensatoren und darunterhängenden Verdampfern. Außerdem sollen hier zunächst eine, später zwei kleine Vakuumkolonnen für eine geplante Phenolsolvan-Entphenolungs-Anlage Aufstellung finden. Es ist vorgesehen, daß auf dieser Bühne später noch ein Kran aufgestellt werden kann.

Sämtliche Bühnen sind durch ein außerhalb des Baues liegendes Treppenhaus begehbar. Auf der gegenüberliegenden Seite des Treppenhauses wird eine Rettungsleiter angebracht, die von allen Bühnen bequem zu erreichen ist. Außerdem kann man durch 2 am Bau angebrachten Rutschstangen von sämtlichen Bühnen aus den Erdboden erreichen.

Der Bedienungs- und Maschinenraum des Erdgeschosses wird von einer splitter-sicheren Ummauerung umgeben. Ferner ist für den Fall einer drohenden Brandgefahr vorgesehen, daß die Inhalte sämtlicher Destillationsblasen und Absichtsbehälter durch einen leicht zu bedienenden Schieber zu einer benachbarten, außerhalb des Baues liegenden Grube schnell entleert werden können. Dort können brennende Phenolöle schnell durch Schaum erstickt werden.

Gefolgeschäftsstärke: 2 Mann / Schicht.

Nächster Luftschutzzraum : Bau Nr. 972.

Nachbar-Bauten:

		Höhe i/Meter	Entfernung i/Met
<u>Norden</u>	A-Kohle-Anlage Bau Nr. 958c	4,50	18,00
<u>Osten</u>	Maschinenhaus Bau Nr. 958	8,00	45,00

POOR COPY 41

zum Brief vom 6.10.1941 an Herrn Dr. B e r n s . Nr 26.

21329

	Höhe i./Metern	Entfernung i./mtr.
<u>Süden</u> Fabrikationsbau Bau Nr 978	7,50	15,00
<u>Westen</u> Bau Nr 976 Be- hälter .	8,50	60,00

Betriebswerkstätte  
Organische Abteilung

49 104

O/ für die Herren:  
Reg.-Baumstr. Zschewe  
Obering. Keinke  
Dr. Ing. Havemann  
Obering. Dr. Sackmann  
Ing. Wolf  
Akten.

POOR  
COPY 41



Phenolöl + Phenolsolvan 98

Leuna Werke, den 5.5.41.WO./Schm.

21330

A k t e n n o t i z.

Besprechung über die Projektierung einer Phenolölraffinationsanlage mit vorgeschalteter Natriumbisulfat-Phenolölaufbereitungsanlage, einer nachgeschalteten Rückstandsaufbereitungsanlage und einer Phenolsolvananlage.

Ort: Zimmer von Herrn Obering. Keinke

Zeit: 2. 5. 1941.

Anwesend:

- Herr OI. Keinke
- OI. Dr. Sackmann
- Dr. Korn
- Dr. Havemann
- DI. Michl
- I. Böhmer u. Lange
- I. Wolf

1.) Raffinationsanlage:

Zunächst gab Herr Dr. Korn mit  
48 000 Jato

die Phenolölmenge bekannt, die in den kommenden Jahren in der Raffinationsanlage hergestellt werden soll.

Im Projekt waren bisher

2 Destillationsblasen von je 2 800  $\phi$  x 6000, oder 36 m<sup>3</sup> Inhalt vorgesehen. In einer solchen Blase können täglich 3 Chargen von je 20 m<sup>3</sup> Rohphenolöl  $\approx$  60 Tato verarbeitet werden, oder bei 2 Blasen

$$2 \times 60 = 120 \text{ Tato.}$$

Mithin beträgt (bei 300 Arbeitstagen/Jahr) die

Destillationskapazität für 2 Blasen  $300 \cdot 120 = 36 000$  Jato  
Rohphenolöl = 25 000 Jato destilliertes Phenolöl.

Es sollen deshalb zunächst 2 Blasen dieser Größe für den ersten Ansbau und 2 weitere für die Erweiterung vorgesehen werden.

Die Destillation der zu errichteten Anlage gliedert sich in dem Vorlauf und dem Hauptlauf, wovon letzterer über das Tanklager in die

POOR  
COPY 41

Zerlegungsanlage geht. Der Vorlauf besteht aus ca. 15 % Wasser und 15 % Öl, bezogen auf das eingesetzte Rohöl, d.h. bei einer Charge von  $20 \text{ m}^3$  Rohöl fallen  $0,3 \cdot 20 = 6 \text{ m}^3$  Vorlauf an. Da sich das Vorlauföl nur innerhalb 24 Stunden bei absoluter Ruhe vom Wasser trennt und andererseits 3 Chargen/Tag mit einer Blase destilliert werden können, sind einschließlich eines Überbrückungsbehälters 4 Vorlaufbehälter von je  $6 \text{ m}^3$  notwendig, die zweckmäßig mit  $7 \text{ m}^3$  Inhalt ausgeführt werden. Diese Vorlaufbehälter, 4 Stück von  $7 \text{ m}^3$  je Blase, sind über dem Bedienungsraum im Apparategerüst anzuordnen. Der Bedienungsraum der Raffinationsanlage ist in das Erdgeschoss zu verlegen.

Der Umlaufverdampfer soll  $45 \text{ m}^2$  Heizfläche erhalten. Sein Mantel ist für HD.-Dampf einzurichten, obgleich zunächst ND.-Dampf verwendet wird. Die Bohrung ist aus V<sub>17</sub>F vorzusehen, die Böden V<sub>17</sub>F plattiert. Die Geschwindigkeit in den Rohren soll wie bei der alten Anlage in Me 103e  $2 \text{ m/sec}$  betragen, ebenfalls soll die Temperaturerhöhung bei der Aufheizung den Verhältnissen in Me 103e entsprechen.

Bei der neuen Anlage soll ein verfärbtes Produkt in Kauf genommen werden. Deshalb sollen die Kondensatoren, die Rohrleitungen und Armaturen in Eisen ausgeführt werden. Für ein farbloses Produkt steht die alte Anlage in Me 103e zur Verfügung, die später im Süden übernommen werden soll.

Der Kondensator, Ausführung in Eisen, muß nachgerechnet werden, da die alten Kondensatoren in Me 103e mit je  $42 \text{ m}^2$  und einem  $k = 150 \text{ Wh/m}^2$  zu klein sind. Die Kondensatoren sollen jetzt neben jeder Blase angeordnet werden. Ihre Rohre sind wasserseitig zu phenytlisieren.

Über die Füllkörperschicht jeder Destillationsblase ist eine Verteilung für einen kleinen Rücklauf vorzusehen.

Als Vakuumzerzeuger sind Dampfstrahler mit Oberflächenkondensation zu wählen.

Wegen der weiteren Verarbeitung des Vorlauföls machte Herr Dr. Havemann nachträglich noch folgenden Vorschlag: Das Vorlauföl ist karbolsäure-angereichert, weshalb seine direkte Verwendung in der Zerlegungsanlage empfehlenswert ist. Es soll deshalb für das Vorlauföl eine Trockenkolonne mit Ölvorwärmer aufgestellt werden, so daß das wasserfreie Öl direkt in die Zerlegungsanlage geschickt werden kann.

Im übrigen siehe Skizze 105 542.



2.) Phenolölaufarbeitungsanlage mit Natriumbisulfat.

Das ankommende Phenolöl enthält neben max. 15 % Wasser auch noch  $\text{Na}_2\text{CO}_3$  +  $\text{NaHCO}_3$ . Durch die Behandlung mit Natriumbisulfat wird erreicht, daß diese Natriumsalze in Natriumsulfat übergeführt werden, wobei ca. 5 % des im Rohphenolöl gelösten Wassers zusammen mit der größten Menge Natriumsulfat abgeschieden werden.

Um die Behälter vor Korrosion zu schützen, werden die Teile, mit denen die mit freier  $\text{H}_2\text{SO}_4$  wirkenden Bisulfate in Berührung kommen, gummiert und darauf noch mit 2 Lagen Säureplättchen ausgelegt.

Der Bisulfatverbrauch beträgt  $20 \text{ kg/m}^3$ , Schüttgewicht = 1,4. Zur Verarbeitung von 36 000 Jato Phenolöl im ersten Ausbau der Raffination (2 Blasen) innerhalb 300 Arbeitstagen sind daher

$$\frac{36\ 000}{300} \cdot \frac{20}{1000} = 2,4 \text{ to/Tag}$$

Bisulfat notwendig. Eine Eisenbahnwagenladung von 20 to ist daher innerhalb

$$\frac{20}{2,4} = 8,3 \sim 8 \text{ Tagen}$$

verbraucht.

Der Bisulfatbunker wird daher zweckmäßig so groß gewählt, daß er bei 60 to Inhalt den Bisulfatverbrauch für ~ 25 Betriebstage decken kann. Sein Volumen muß demnach

$$\frac{60}{1,4} = 42,8 \text{ oder mit Rücksicht auf eine gewisse}$$

Transport-Überbrückungsmöglichkeit

$$60 \text{ m}^3 \text{ groß sein.}$$

Die Entladung des Bisulfats aus dem Waggon soll in einer verdeckten Rampe über einen Elevator nach dem Bunker vorgenommen werden. Da das Bisulfat hygroskopisch ist, ist der Bunker luftdicht abzuschließen. Die Entleerung erfolgt durch Rundschieber.

Sämtliche Abscheider, die außerhalb des Baus angeordnet werden, müssen splittersichere Ummauerung erhalten.

Anordnung der Bisulfatanlage und Größe der Abscheider siehe Skizze 105 541.

3.) Rückstandsaufarbeitung.

Bei der Destillation des Rohphenolöls bleiben 15 % des Einsatzes als Rückstand zurück, von welchem ca. 10 % wieder als wertvolle, höhersiedende Phenole gewonnen werden können. Bei 36 000 Jato Rohphenolöl ergibt sich daher eine Rückstandsmenge von

$$0,15 \cdot 36\ 000 = 5400 \text{ Jato,}$$

die für den ersten Ausbau der Rückstandsaufarbeitungsanlage maßgebend ist.

In der projektierten Rückstandsaufarbeitungsanlage sind die Destillationsblasen mit 2 000  $\phi$  x 3 000 ausgelegt worden. In einer solchen Blase können 6 to Rückstand/Charge eingesetzt werden. Unter der Annahme, daß die Destillationszeit einschließlich Füllen usw. 8 Stunden je Charge beträgt, können in einer Blase, bei 300 Arbeitstagen/Jahr,

$$6 \cdot 3 \cdot 300 = 5\ 400 \text{ Jato Rückstand/Blase}$$

verarbeitet werden.

Zur Aufstellung gelangen im ersten Ausbau 2 Blasen, so daß die Unsicherheit in der Destillationsgeschwindigkeit einer Blase hinlänglich gedeckt wird.

Über Anordnung der Anlage siehe beiliegende Skizze 105 543.

4.) Phenosolvan-Anlage.

In der Raffination (s. Ausbau = 2 Blasen) fallen täglich ca. 18 m<sup>3</sup> = 0,75 m<sup>3</sup>/h Phenolwasser von ca. 100 kg/m<sup>3</sup> Phenolen an, deren Beseitigung vorteilhaft unabhängig von der Triphosanlage vorgenommen werden soll. Dieses Phenolwasser wird deshalb zusammen mit anderen Phenolwässern der Südanlage in einer Phenosolvananlage entphenolt.

Es handelt sich hierbei um folgende Phenolwässer:

Phenolölraffinationsanlage } Bisulfatanlage	0,75 m <sup>3</sup> /h
Betriebe Dr. Messerknecht max. ca.	1,50 "
Kondensat aus 5 Dampfstrahlern ca.	1,50 "
	<hr/>
	Σa. 3,75 m <sup>3</sup> /h
	~ 4 m <sup>3</sup> /h
	<hr/>

Hierzu Skizze 105 544



Bei der Ausarbeitung der Anlage soll gemäß Absprache in folgender Reihenfolge vorgegangen werden:

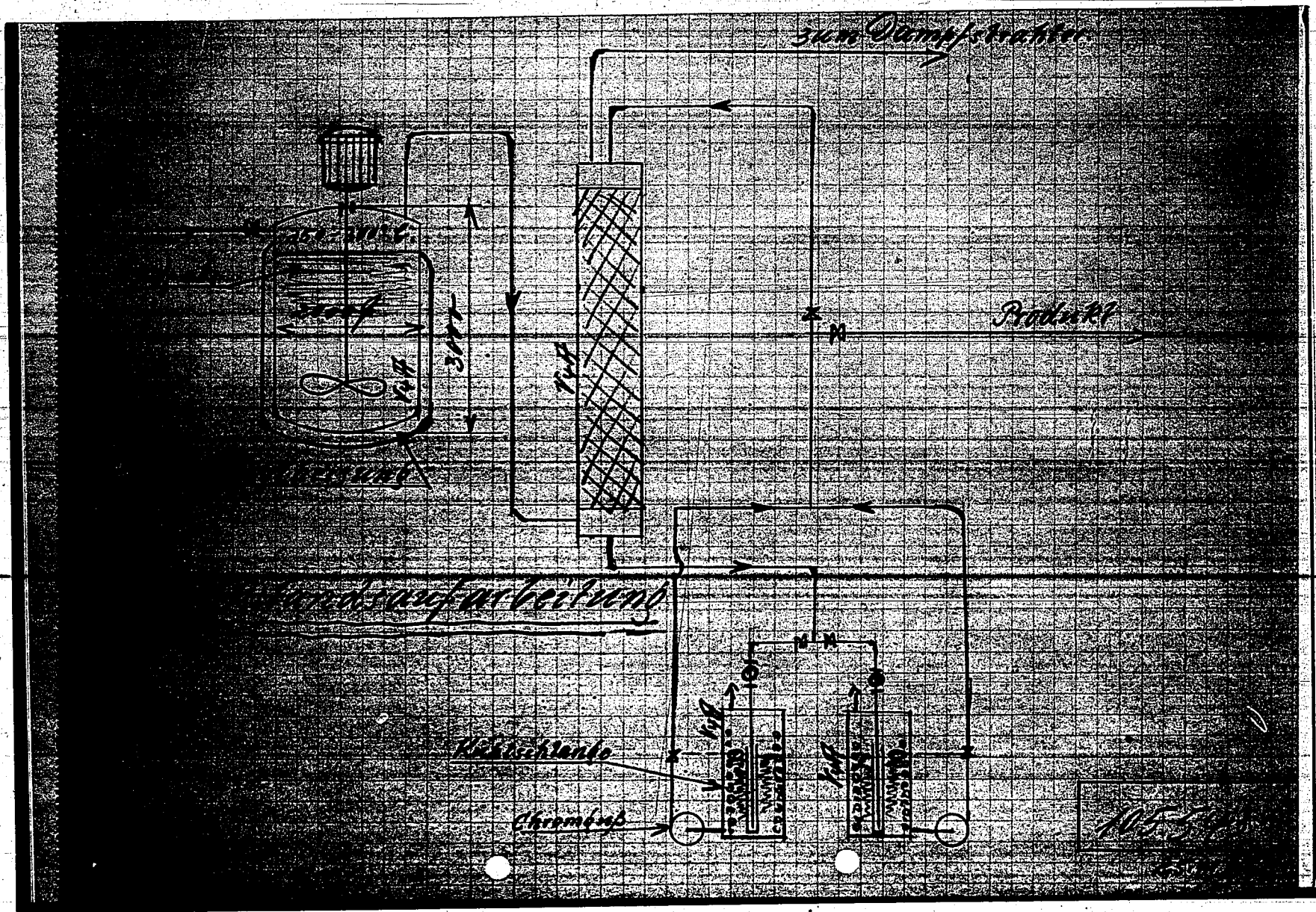
- 1.) Phenolölraffination- und Bisulfat-Anlage
- 2.) Rückstandsaufarbeitung- und Phenosolvan-Anlage.

*HW*

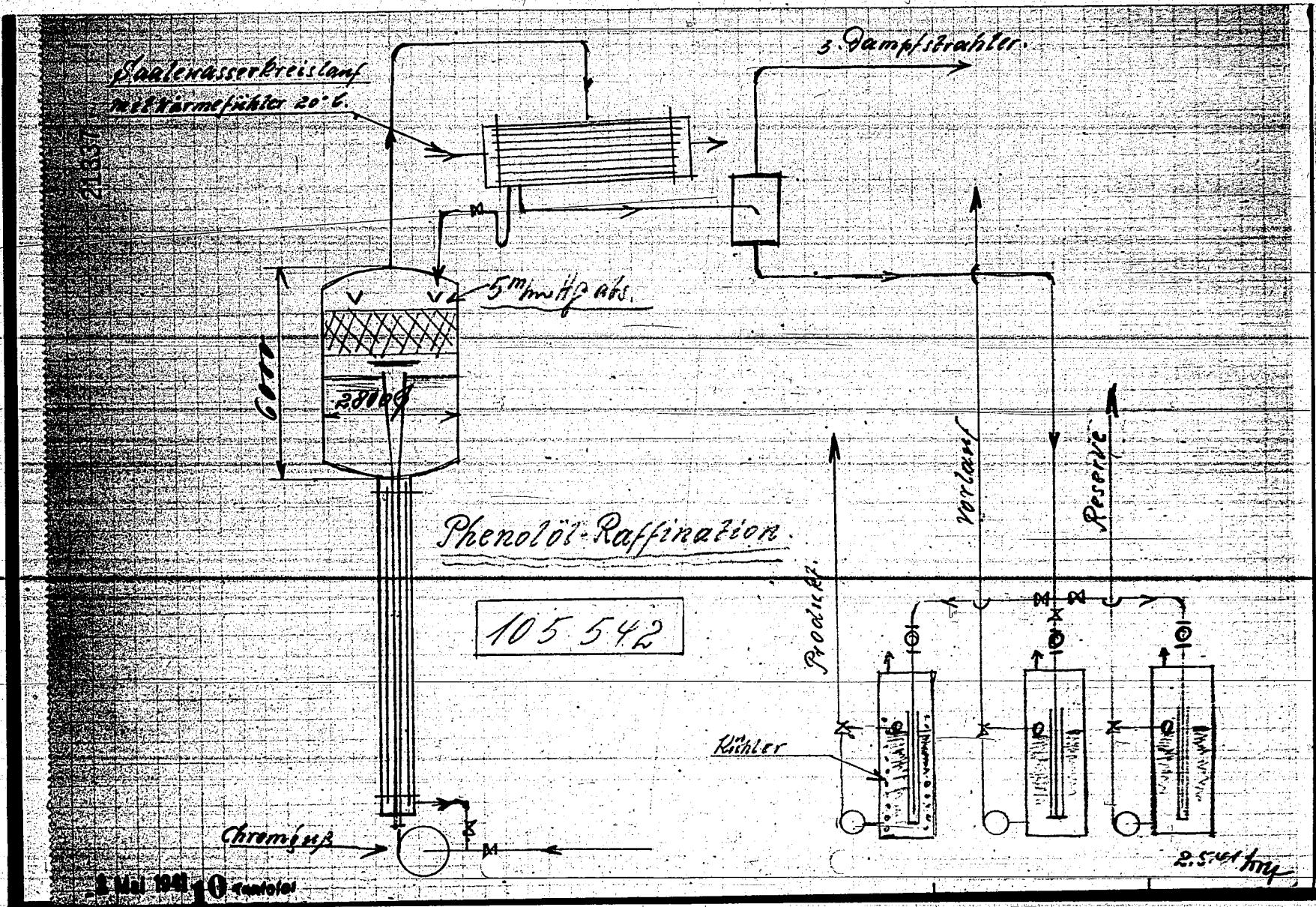
Ø Herrn OI. Keinke 2 x ✓  
" OI. Dr. Sackmann  
" Dr. Korn  
" Dr. Havemann  
" DI. Michl  
" I. Wolf  
Akten 2 x





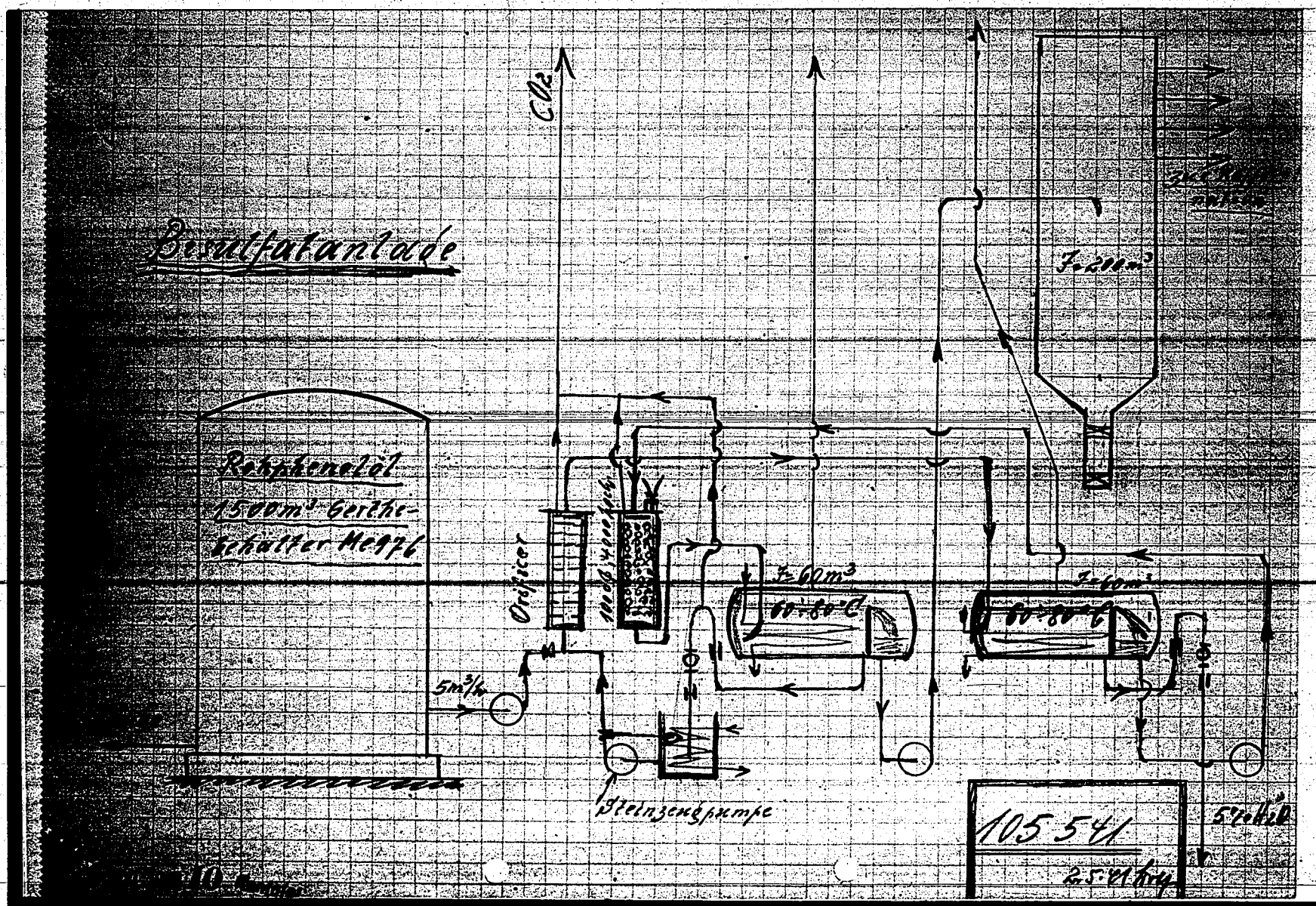


POOR COPY 41



POOR  
 COPY 41





POOR  
COPY 41



*111*  
Aufzeichnung  
21339

A. Riebeck'sche Montanwerke A.-G.  
Chemische Abteilung

H. a. l. l. a. (Saale) 2  
Postschloßfach 143/144

21. März 1940.

Dr. 21./Bc. 41032a.

⊙ Versuchsanlage nach dem Sater-Entphendungsverfahren.

Unter Bezugnahme auf das Fragegespräch zwischen Ihrem Herrn Dr. Gailer und Herrn Dr. Dierichs am 18. d. M. übersenden wir Ihnen für die erforderliche Anmeldung obiger Versuchsanlage auf Ihrem Werk Reuben bei den Revierbeamten von Zeitz bzw. bei dem Obersbergamt Halle

4 Schema-Zeichnungen einer Sater-Entphendungsanlage (M 6722-2) und

4 Erläuterungen hierzu.

Die Inbetriebnahme der Versuchsanlage wird voraussichtlich am 26. d. M. erfolgen.

H. a. l. l. a.

AMMONTIENWERKE KRESEBURG

Gesellschaft mit beschränkter Haftung

Kreuzberg

⊙ 2 Anlagen

Ø I. G. Le., Herrn Dr. Noack  
Herrn Dr. Dierichs z. Zt. Leuna  
" Dr. Koppe  
" Dr. Havemann  
" Ol. Keinke ✓

POOR  
COPY

41

*Alte Leunaerberg*  
**Friedrich Uhde, Ingenieurbüro und Fabrik für chem. Apparate, Dortmund**

21340

Empfänger

Ammoniakwerk Merseburg G.m.b.H.  
i.Hd. v. Herrn Obring. Schindler  
No 105

Durchschlag für  
**Ammoniakwerk  
Merseburg**  
Abt. H. Obring. Keinke  
Bau: No 24 P.

Leuna Werke

Leuna Werke

Pz/Se.

XXXXXXXX

7.3.1940.

Entphenolierung Riebeck-Montan.

Den Entwurf zum Kostenanschlag, Begleitschreiben und Kalkulation haben wir fertiggestellt und senden Ihnen anbei die Unterlagen zur Prüfung zu. Mit den Unterlagen für die Wirtschaftlichkeitsberechnung und der Festlegung der Verbrauchszahlen sind wir zurzeit noch beschäftigt. Diese Werte müssen später noch im Gang beigelegt werden. Herr Dr. Dierichs hat uns heute, ihm die Unterlagen schnellstens zur Verfügung zu stellen, weil er die Werte überprüfen will. Im Anschluss an die Überprüfung wird Herr Dr. Dierichs Ihnen die Unterlagen wieder übergeben.

Heil Hitler!

**FRIEDRICH UHDE**

Ingenieur-Büro  
und Fabrik für chem. Apparate

*F. Uhde*

Anlage:

wie vorstehend.

- 1 x Herrn Obring. Schindler
- 1 x Herrn Obring. Keinke ✓
- 1 x Herrn Obring. Dr. Köhler
- 1 x Dortmund
- 1 x Pz.

POOR  
COPY 41

*H. Obering Kleinke*  
*h*

Mittwoch, 6. Dezember 1939

**Leuna-Büro**

**Aktennotiz**

über die Besprechung mit:

in: Leuna am: 2., 5. u. 6. 2. 1940

Anwesend:

von Ammoniakwerk Merseburg:

Herr Dipl.-Ing. Schindler  
Herr Dr. Diericha  
Herr Wolf

von Firma Uhde:

Herr Obering. Hoffmann (nur am 2.2.)  
Herr Dipl.-Ing. Falzer  
Herr Horstmann

*Phenol*

21341

Verfasser:  
Dipl.-Ing. Falzer

Durchdruck an:  
Herrn Obering. Dr. Köhler  
Herrn Obering. Keinke  
Umlauf: Herrn Uhde, Herrn Obering  
Hoffmann, Akte  
Herrn Dipl.-Ing. Salwendler  
Herrn Horstmann

*Falzer*

Zeichen:  
Ps/Se.

Tag:  
9.2.1940.

Betrifft: Entphenolierung für A. Riebeck'sche Montanwerke A.G. und  
Hydrierwerke Pöhlitz.

Aufgrund der ersten mit Herrn Dipl.-Ing. Schindler gehaltenen Besprechung über die Entphenolierung Riebeck-Montan hörten wir, dass auch die Firma Hydrierwerke Pöhlitz an der Entphenolierungsanlage Interesse hat. Auf unsere Veranlassung hat sich Herr Dr. Hüttner mit Herrn Dipl.-Ing. Schindler nochmals in Verbindung gesetzt. Es wurde bei diesen Besprechungen festgelegt dass für beide Anlagen die gleiche Größe infrage kommt entsprechend den weiter unten festgelegten Werten.

Am Freitag, dem 2.2.1940, wurde uns zunächst eine allgemeine Übersicht über die Art der Entphenolierung gegeben. Anlässlich der späteren Besprechungen wurden die Einzelheiten über die konstruktive Ausführung und Anordnung festgelegt. Ein Schema der Ester-Entphenolierungsanlage wurde Herrn Hoffmann bereits mitgegeben, und zwar die Zeichnung M 6722-2. Es sollen von uns folgende Angebote ausgearbeitet werden:

- 1) Angebot für Firma A. Riebeck'sche Montanwerke A.G., und zwar 25 m<sup>3</sup>/h bei einem Phenolgehalt von 7 gr Phenol/ltr. Die Anlage soll

POOR COPY 41

POOR COPY 41



in Deuben/Voss erstellt werden.

2) Das Angebot für Hydrierwerke Pölitz A.O. - 25 m<sup>3</sup>/h mit einem Phenolgehalt von 5 gr/Ltr.

Die Angebote sollen umfassen:

a) Apparate, Maschinen, Gerüste, Messinstrumente, ohne Elektro-Motoren Fundamente, Gebäude und ohne Isolierungen.

b) Montage.

Bedingungen für das Ausgangsprodukt:

Es stehen die vorstehend beschriebenen Abwässer zur Reinigung zur Verfügung, und zwar mit einer max. Temperatur von 30°C. Die Abwässer müssten von Schwebestoffen, Teeren, Ölen usw. weitgehendst gereinigt sein. Das Wasser muss enthärtet werden.

Beschreibung des Schemas M 6722-2:

Pos. 1) Phenolwasser-Sammelbehälter.

Dieser Behälter soll für einen Inhalt von ca. 600 - 700 m<sup>3</sup> ausgeführt werden, gehört jedoch nicht zu unserer Lieferung. Bei diesem Behälter ist von dem Kunden zweckmässig eine Entschlammung vorzusehen, da in dem Sammelbehälter ein Absetzen des Schlammes erreicht werden soll. Mit schätzt bei normalen Abwässern, dass ungefähr 100 gr Schlamm / m<sup>3</sup> vorhanden sind. Von diesem Behälter wird das Phenolwasser mittels einer Pumpe in einen Kühler - Pos. 2) - gegeben, wo das ca. 60° warme Wasser auf 30°C heruntergekühlt wird. Der Kühler muss bei Riebeck-Montan in 2 Teile zerlegt werden, da wir mit dem Rückkühlwasser nur auf ca. 38° herunterkühlen können; dem Kühler - Pos. 2) - wird daher ein Spitzenkühler mit Frischwasser angeschlossen - Pos. 3) -. Das heruntergekühlte Wasser gelangt zu einem Waschturm, wo zunächst der aus der Produktion angefallene gasförmige Ester im Gegenstrom von dem Phenolwasser ausgewaschen wird, während die restlichen Abgase, wie

21343

Blatt 5 zur Aktennotiz vom 9.2.1940.

Schwefelwasserstoff, Kohlensäure (ca.  $500 \text{ m}^3/\text{h}$ ) ins Freie geleitet werden. Unter der eigentlichen Kolonne oder neben der Kolonne befindet sich ein Sammelbehälter - Pos. 3a - mit ca.  $8 \text{ m}^3$  Inhalt Phenolwasser. Die Kolonne selbst ist ausgebildet als Faltenkörper-Kolonne mit  $900 \text{ mm}$   $\varnothing$  und einer nutzbaren Faltenkörperhöhe von  $4 \text{ m}$ ; Faltenkörper Grösse 6. Aus dem Sammelbehälter - Pos. 3a - pumpt eine Pumpe das mit Ester angereicherte Phenolwasser auf den eigentlichen Waschturm - Pos. 4 - der Entphenolierung. Der Waschturm ist ausgebildet als Faltenkörper-Kolonne mit Faltenkörpern Grösse 2; Durchmesser der Kolonne:  $1100 \text{ mm}$ ; nutzbare Faltenkörperschicht:  $12 \text{ m}$ . Entsprechend den noch laufenden Versuchen soll eine Vergrösserungsmöglichkeit dieser Kolonne um ca.  $3 \text{ m}$  vorgesehen werden. Das Phenolwasser wird im Kopf der Kolonne mittels eines Verteilerbodens zugeführt, während der Ester unmittelbar unter der Faltenkörperschicht zugeführt wird. Der Kopf der Kolonne soll so ausgebildet werden, dass der Ester-Absug ca.  $600 \text{ mm}$  über der oberen Faltenkörperschicht liegt, während der eigentliche Kolonnendeckel  $500 \text{ mm}$  über diesem Ester-Absugstutzen liegen soll. Im Deckel befindet sich ein Entlüftungstutzen von  $40 \text{ mm}$ . Am unteren Ende der Faltenkörperschicht ist ein Mannloch von  $500 \text{ mm}$   $\varnothing$  vorzusehen. In der Nähe des Ester-Einlaufes wird eine elektrische Flüssigkeitsstandvorrichtung eingebaut, die mittels elektrischer Lampenanzeiger angibt, wie der Stand des Esters gegenüber dem Stand des Phenolwassers im Sumpf ist. Unter der Kolonne befindet sich ein Sammelbehälter - Pos. 4a -, der mit dem Sumpf verbunden ist und ca.  $20 \text{ m}^3$  Inhalt hat. Aus dem Sammelbehälter läuft das Produkt über ein Nadelventil zu einem Filtertopf, der für einen Inhalt von  $5 \text{ m}^3$  vorgesehen ist. Von da gelangt das Phenolwasser zu einem Sammelbehälter - Pos. 5 - mit ca.  $8 \text{ m}^3$

- 4 -

POOR  
COPY 41

21344

Blatt 4 zur Aktennotiz vom 9.2.1940.

Inhalt. Mittels einer Pumpe wird das vor dem Filter enthärtete Wasser über ein System von Wärmetauschern - Pos. 6 - und Vorhizern - Pos. 7 - in die eigentliche Abtreibe-Kolonne - Pos. 8 - gedrückt. Das Wasser wurde in der Waschkolonne - Pos. 4 - bereits entphenolt, ist aber mit Ester geladen, der nun seinerseits in der Abtreibe-Kolonne zwecks Rückgewinnung vom Wasser getrennt wird. Das Wasser wird im Kopf der Kolonne mit einem Phlegma von ca. 1,5 m zugeführt. Die Kolonne hat einen Durchmesser von 1100 mm und eine nutzbare Faltenkörperhöhe von 9 m. Im Sumpf wird eine unmittelbare Beheizung durch eingeblasenen Dampf vorgesehen. Der Dampf soll mit 25 atü zugeleitet werden, sodass der Sumpf eine Temperatur von ca. 93°C in seiner oberen Schicht erhält. Die Kolonne wird so gefahren, dass eine Kopftemperatur am Ende des Phlegmas von ca. 80° vorhanden ist. Im Kopf der Abtreibe-Kolonne entsteht ein Gasgemisch aus Schwefelwasserstoff, Kohlensäure und Estergasen, das, wie bereits vorstehend erwähnt, über ein System von Kühlern - Pos. 11 - und Kondensatoren - Pos. 11a - der Estergas-Waschkolonne - Pos. 3 - zugeleitet wird, um Verluste zu vermeiden. Hier mit dem Estergas abgezogene Wasserdampf wird durch den Kondensator - Pos. 11a - von dem Estergas getrennt und über eine Tauchung - Pos. 10 - dem Sammelbehälter - Pos. 5 - zugeleitet. Die Tauchung - Pos. 10 - dient gleichzeitig als Trennbehälter für Wasser und den durch den Kondensator flüssig anfallenden Ester. Der Tauchbehälter ist so bemessen, dass eine Absetzzeit von ca. 2 Stunden vorhanden ist. Der flüssige Ester wird dem Sammelbehälter - Pos. 15 - zugeleitet. Der aus der Kolonne - Pos. 4 - abgezogene, mit Phenol angereicherte Ester ist zu einem 2 m<sup>3</sup> grossen Sammelbehälter - Pos. 12 - gelangt und wird von dort der eigentlichen Phenol-Abtreibekolonne - Pos. 13 - mittels einer Pumpe zugeleitet. Über die Ausbildung dieser Abtreibekolonne

POOR  
COPY 41



mit ihrem zugehörigen System von Wärmeaustauschern, Kühlern usw. werden nähere Berechnungsangaben uns auch von Herrn Dipl.-Ing. Orth gemacht. Die Kolonne ist ebenfalls als Kaltenkörper-Kolonne ausgebildet mit einem Durchmesser von 1000 mm. Der Sumpf soll eine Spitzentemperatur von max. 195°C haben, sodass entweder Sattdampf von 30 stü zur Verdampfung stehen muss oder, weil in Folge dieser Dampf mit dem Betriebsdruck nicht vorhanden ist, muss die Kolonne als Vakuum-Kolonne ausgebildet werden.

Über einen Kühler - Pos. 16 - gelangt anschließend das im Sumpf gewonnene Phenol in einen Schlussbehälter - Pos. 17 -, der für einen Inhalt von ca. 20 m<sup>3</sup> ausgebildet werden muss. Der aus dem Kopf der Kolonne - Pos. 13 - abgezogene Ester gelangt über das schon vorstehend erwähnte System - Wärmeaustauscher und Kondensator - zu dem Sammelbehälter - Pos. 15 -. Dieser Sammelbehälter dient zugleich als Eingangsbehälter für den Frisch-Ester. Der Ester wird mittels einer Pumpe von hier aus wieder dem Kreislauf zugeführt. Die mit dieser Methode ausgeführte Entphenolierung hat in der Versuchsanlage Leuna Werte ergeben, wobei das Restwasser effektiv nur noch ca. 70 mg Phenol enthielt.

Über den Ester wurden uns folgende Angaben gemacht:

spez. Gewicht	0,8
spez. Wärme	0,6
Verdampfungstemperatur wie Butylacetat	118 - 112°
Molekulargewicht	120

Bei der Schlusskontrolle der Versuchsanlage wurde bereits ohne Phlegma in der Kolonne ein praktisch reiner Ester abdestilliert, der lediglich einen Phenolgehalt von 0,7 % aufwies.

Am Dienstag, dem 6.2.1940, wurden uns von Herrn Wolf noch spezifizierte Angaben über die Ausführung der Kolonnen und Behälter

21346

Blatt 6 zur Aktennotiz vom 9.2.1940.

gemacht, die in verschiedenen Skissen festgelegt werden.

Angebotsabgabe:

Die Angebote werden so vorbereitet, dass die Unterlagen der Kalkulation bis ca. 20.2.1940 beendet sind. Parallel zu der Kalkulation wird eine Apparatliste aufgestellt, die als Unterlage für die Angebotsabgabe dienen soll. Aufgrund der Kalkulation wird von der Firma Ammoniakwerk Merseburg der endgültige Endpreis für diese Anlage festgelegt.

*Pulger*

POOR COPY 41

**Aktennotiz**

über die Besprechung mit:

Herrn Dipl.-Ing. Schindler

in: Leuna am: 2.2.1940.

Anwesend:

vom Ammoniakwerk Merseburg:

Herr Obering. Keinke  
Herr Dipl.-Ing. Schindler  
Herr Wolf  
Herr Dr. Dierichs (I.G. Leverkusen)

von Firma Uhde:

Herr Obering. Hoffmann  
Herrn Dipl.-Ing. Palzer

*Phenol*  
*ke*  
Verfasser:

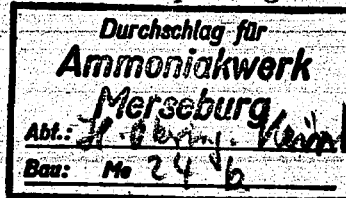
21347

Obering. Hoffmann

Durchdruck an:

1 x Herrn Dr. Köhler  
2 x Dortmund (Herrn Uhde, Herrn Obering. Hoffmann, Akte.

1 x Herrn Obering. Keinke  
1 x Herrn Dipl.-Ing. Schindler  
1 x Herrn Dipl.-Ing. Palzer



Zeichen:

Tag:

Ho/Se.

2.2.1940.

Betrifft: Entphenolierungsanlage für A. Riebeck'sche Mont an-Werke,  
Halle.

Es sollen die Abwässer der Schwelereien Dempen und Voss gemeinsam verarbeitet werden. Die Anlage soll für eine Leistung von  $30 \text{ m}^3/\text{h}$  Phenolwasser vorgesehen werden.

Es soll ein Angebot ausgearbeitet werden für die Gesamtanlage, beginnend hinter dem Vorratsbehälter für Phenolwasser. Das Angebot soll umfassen sämtliche Apparate, Rohrleitungen und Armaturen, Messinstrumente und die Montage. Nicht in dem Preis eingeschlossen werden die Motoren, die Isolierung, Gebäude und Fundamente. Die Angebotsunterlagen sollen am 20. Februar vorliegen zusammen mit einer Projektzeichnung. Die Unterlagen erhalten wir von Herrn Wolf. Es sollen von uns maßstäbliche Skizzen der Apparate gemacht werden, nach denen die Apparate kalkuliert werden sollen nach bekannten kg-Preisen. Anfragen sollen nicht erfolgen. Die Vorarbeiten sollen vom Uhde-Büro Leuna erledigt werden. Dafür stellt Uhde Dortmund als Ersatz einen Herrn für diese Zeit zur Verfügung.

POOR  
COPY 41



Phenol

21348

Aktennotiz.

Betr. Leitungen in denen mit Schwefelwasserstoff gerechnet werden muss.

Anwesend: Herr Dr. Seyb  
" Schwarzburger  
" Dr. Hähnel  
" Dr. Schuberth  
" Chering. Sabel

Es sollte geprüft werden, welche Leitungen unter die verschärften Vorschriften für Schwefelwasserstoffgefahr zu rechnen sind.

1.) Phenolwasserleitungen.

Die Phenolwasserleitung ab Hydrierung bis zur Entschwefelung bei Dr. Seyb ist  $H_2S$  gefährlich, wenn saures Wasser in die Leitung gerät. Dies kann vorkommen in Niederdruck-Hydrierung. Die Leitung fällt also unter die Vorschriften von Niederdruck-Hydrierung bis zur Entschwefelung in Me 288. Die Leitung-Destillation bis zur Vereinigung in Strasse g bei Me 807 fällt nicht unter die gefährdeten Leitungen, weil nach Angaben von Herrn Dr. Schuberth ausgeschlossen erscheint, dass Säure oder saures Wasser in diese Leitungen geraten kann.

Die Phenolwasserleitungen hinter Wasserentschwefelung Dr. Seyb über Entphenolung nach Neustädter-Becken werden nicht als  $H_2S$  gefährlich betrachtet.

2.) Hy-Rückgasleitungen-

~~gehören mit etwa 7 Vol-%  $H_2S$  unter die verschärften Vorschriften. In der Hydrierung werden Zubringerleitungen mit unter 1 Vol-%  $H_2S$  nicht mehr für so gefährlich gehalten, dass sie unter die Vorschriften fallen.~~

Die verschärften Vorschriften gelten für die Hy-Rückgase bis einschliesslich Alkazid-Anlage.

Die Hydrierung muss bei der Bedienung der Wasserscheussen die neuen Vorschriften beachten.

3.) Produktleitungen.

Herr Dr. Hähnel wird mit Herrn Dr. Hochschwander klären, wie weit diese Leitungen unter die verschärften Vorschriften zu rech-

nen sind.

4.) Phenolwasserkanäle.

Für die Phenolwasserkanäle bestehen bereits strenge Betriebsvorschriften. Die Hydrierung wird überprüfen, wie weit die neuen Vorschriften anzuwenden sind. Besonders auch auf die Sammelstelle 881.

5.) Entschweflungsabgasleitungen.

Sämtliche Entschweflungsabgasleitungen unterliegen den neuen Vorschriften, also von Me 288 nach Kesselhaus 4, 202 und nach der Clausofen-Anlage. Ebenso die Leitung der Winkler Abwasserentschweflung zur Clausofen-Anlage, sowie der Anschluss dieser Abgasleitungen nach Kesselhaus 245.

6.) H<sub>2</sub> S Leitungen.

Hier kommen die Leitungen in Frage von der Alkazid-Anlage nach Me 22 und der Clausofen-Anlage, sowie die daran hängenden Gasometer.

Es soll bei Herrn Keinke ein Gesamtplan dieser Leitungen aufgezeichnet werden, um an Hand dieses Planes endgültig festzulegen, welche Leitungen nach den neuen Vorschriften zu behandeln sind.

*Sabel*

- Ø Herrn Dr. v. Staden
- " Dr. Wyssomirski
- " Dr. Bähr/Dr. Brauns
- " Dr. Seyb/Schwarzburger
- " Dr. Schunck/Dr. Hähnel/Dr. Schubert
- " Dr. Boesler/Dipl. Ing. Karl
- " Dipl. Ing. Keinke
- " Obering. Sabel

Name Dr. G. Köchel.

Lebenszeit, am 10.9.39.

21350

Objekt: Apfelweinschnittgallen. (Apfelweinschnittgallen)

1) Neuz. Apfelweinschnittgallen;

2) Fertig aus 190 905.

3) " " " 190 888.

Apfel

POOR  
COPY

41



21351

LEITUNGEN

bei denen Schwefelwasserstoff-Gefahr besteht.

*Hm. Prüfung*

Leitungen für Abstreifer :

zwischen Hochdruck und Tanklager 813 :  
75; 77; 78; 79; 80; 1004 .

Das aus den Flüssigkeiten freiwerdende Gas enthält  
etwa 3 - 5 % H<sub>2</sub>S.

Tanklager 813 .

Sämtliche Tanks 813 a - h, i, k, l enthalten Gas mit  
3 - 5 % H<sub>2</sub>S.

Gasbenzin-Betrieb.

Zugangsleitungen von 821 nach 875 und 887 , sowie die  
Gasbehälter 917 und 920 und Abgasleitungen nach 809  
enthalten 3 - 5 % H<sub>2</sub>S.

Phenolwasserleitungen:

Sämtlich, mit wechselndem Gehalt.  
Bei Zutreten von Säure kann unverdünnter Schwefel-  
wasserstoff entweichen.

*Fischer*

*M*

*Dr. Schuberth*

*Dr. Lapp*

*Obering. Sabel*

Leuna, 12.9.34.

21352

Aktennotiz.



Besprechung über die Verschärfung der Bestimmungen bei Arbeiten  
mit H<sub>2</sub>S - Gefahr.

- Anwesend: Herr Dr. Hochschwender  
" Dr. Wille  
" Dr. Schick  
" Dr. Kinnerle  
" Dr. Neubauer  
" D. I. Amon  
" Dr. Hähnel

Es wird über die 2 Besprechungen bei Herrn Dr. Strombeck und Herrn Obering. Sabel berichtet. Die Verschärfung der Bestimmungen wird durch ein Rundschreiben bekanntgegeben werden. In diesem wird die Kennzeichnung von Leitungen gefordert (durch gelbrotten Ring), bei denen Reparaturarbeiten mit H<sub>2</sub>S - Gefahr verbunden sind. Herr Sabel wird für das ganze Werk die Kennzeichnung dieser Leitungen veranlassen. Zunächst sind von ihm im Bereich der Hydrierung die Hy-Rückgasleitung und die konzentrierte Phenolwasserleitung soweit sie vorübergehend saures Wasser führen kann, als H<sub>2</sub>S gefährlich bezeichnet worden, d.h. die konzentrierte Phenolwasserleitung des Niederdrucks und von der Vereinigung mit der Destillations- und Hochdruckleitung bei Me 807 ab bis zum Betrieb von Herrn Dr. Seyb.

Herr Obering. Sabel stellt der Hydrierung anheim, über die internen Hy-Gasleitungen selbst zu entscheiden und dies dann ihm zu melden.

Herr Dr. Hochschwender wünscht demgegenüber, daß eine Aufstellung über diese Gasleitungen mit Angabe des H<sub>2</sub>S - Gehaltes an Herrn Obering. Sabel geht und dieser dann die entsprechende Entscheidung trifft bzw. einen Grenzwert für den H<sub>2</sub>S - Gehalt festsetzt.

Über die Produktleitungen herrscht Übereinstimmung, daß bei diesen keine  $H_2S$  - Gefahr im Sinne des Rundschreibens besteht.

Verdünnte Phenolwasserkanäle, in denen das Wasser offen (nicht in Röhren) fließt, gelten als  $H_2S$  gefährlich.

Schon seit einiger Zeit wird die Entwässerung der  $H_2S$  enthaltenden Leitungen zunächst an den gefährdetsten Stellen so durchgeführt, daß kein Gas in die Luft austreten kann. Es dient hierzu ein geschlossenes Gefäß, in das die Flüssigkeit eingeschleust wird und aus dem es mit 0,8 at.  $N_2$  in ein ebenfalls geschlossenes Gefäß gedrückt wird. Die Ausrüstung der noch fehlenden Stellen mit derartigen Vorrichtungen ist in Arbeit.

*M. J. J. J.*



# AMMONIAKWERK MERSEBURG

Gesellschaft mit beschränkter Haftung  
LEUNA WERKE (KREIS MERSEBURG)

Leuna-Werke, 27.6.32

21354

Herrn

Dipl. Ing. K e i n k e, Konstruktions-Büro.

## Betrifft: Phenolwasser-Vernichtung.

Unter Bezugnahme auf unsere mündliche Unterredung vom 22. ds. Mts. bitten wir um Kostenschätzung für eine Anlage zur Vernichtung von Phenolwasser mit Hilfe von Rauchgasen. Das Verfahren besteht in der Belüftung von geklärtem Phenolwasser in Rieseltürmen mittels heißer Rauchgase, die durch Verbrennen von Rohbraunkohle auf einem Rost, erzeugt werden. Folgende Daten sollen bei der Konstruktion der Anlage berücksichtigt werden:

Durchsatz: 20 cbm Phenolwasser/h.

Rauchgasbedarf: 1200 cbm (feucht) je cbm Phenolwasser.

Arbeitstemperatur: 70 - 75°C.

Kohlebedarf: 20 kg R.B.K./kg Phenol = 90 kg R.B.K./20 cbm Phenolwasser.

Apparateteile: Rostfeuerung für 90 kg R.B.K./h

Waschtürme: 2 Türme 10 m hoch, 2,5 m Ø

spezif. Belastung: 2500 cbm/qm

Gebläse: 30 cbm/h

Pumpe: 30 "

Schornstein: 24000 cbm (feucht)-pro h.

Die Anlage wird zweckmäßig in der Nähe der Kesselhäuser angelegt, um möglichst billige Abfuhr der Abgase durch vorhandene Schornsteine zu ermöglichen. Bei der Auswahl des Materials für den Waschturm ist zu berücksichtigen, daß Phenolwasser eine schwach alkalische Flüssigkeit ohne aggressive Wirkungen darstellt die Rauchgase jedoch SO<sub>2</sub> und SO<sub>3</sub> enthalten, die zu empfindlichen Korrosionen Anlass geben.

Durchschätze:

Herren Dr. Herold,  
Dr. Groß,  
Dr. Kumscheidt.

Durchschlag für

*P. Kumscheidt*  
**Durchschlag**

658 - 8M - 332

POOR  
COPY 41

Phenol

Leuna, den 27. 8. 30.

21355

Betriebsangaben nach Versuchsergebnissen.

<u>Gesamt Ausbau:</u>	Schmelzwasser	1800	Tato =	75 kg./ stdl.
	Phenol	5,4	" =	230 kg./ stdl.
	Trikesyl	72	" =	3000 kg./ stdl.
	Abtreibedampf	14,5	" =	600 kg./ stdl.
	Heizdampf	10	" =	420 kg./ stdl.

<u>Vorläufiger Ausbau:</u>	Schmelzwasser	20	to./ stdl.
	Phenol	60	kg./ stdl. c = 0,5 sp.1,12
	Tri.	800	kg./ stdl. c = 0,3 sp.1,12
	Abtreibedampf	200	kg./ stdl.
	Heizdampf	135	kg./ stdl.

Waschturm.

1400 Ø, 16 m hoch. Belastung 20 to./ stdl.

Destillation.

Tri	800	kg./ stdl.
Phenol	60	kg./ stdl.
Wasser	60	kg./ stdl.
Flüssigkeit	920	kg./

Vorwärmung des Tri - Phenolgemisches.

A. Durch Regenerator:

Zur Verfügung steht  $\left. \begin{array}{l} \text{Tri } 800 \text{ kg.} \\ \text{Wasser } 4 \text{ " } \end{array} \right\} 140^\circ$

Abzukühlen auf  $30^\circ$

$800 \times 0,3 \times (140 - 30) = 26\ 400 \text{ W.E.}$

$4 \times (140 - 30) = 440 \text{ W.E.}$

$26\ 840 \text{ W.E.}$

Dabei würde sich das Phenolhaltige Tri auf  $110^\circ$  erwärmen.

POOR COPY 41

$$\begin{aligned}
 800 \times 0,3 ( 110 - 30 ) &= 19\ 200 \\
 60 \times 0,5 ( 110 - 30 ) &= 2\ 400 \\
 60 \times 1 ( 110 - 30 ) &= 4\ 800 \\
 \hline
 &26\ 400
 \end{aligned}$$

$$\Delta m = \frac{140 + 30}{2} = \frac{110 + 30}{2} = 15^\circ$$

$$K = 50 \text{ ergibt } H = \frac{26\ 400}{50 \times 15} = 35 \text{ m}^2$$

B. Vorwärmer.

von 110 auf 170 ° notwendig.

$$\begin{aligned}
 800 \times 0,3 ( 170 - 110 ) &= 14\ 400 \text{ W.E.} \\
 60 \times 0,5 ( 170 - 110 ) &= 1\ 800 \text{ " } \\
 60 \times 1 ( 170 - 110 ) &= 3\ 600 \text{ " } \\
 \hline
 &19\ 800 \text{ W.E.}
 \end{aligned}$$

Mittels H. D. Dampf 16 ata 250 ° 700 W.E.

$$\text{Abgehendes Kondensat } \frac{170 + 110}{2} = 140^\circ$$

$$( 700 - 140 ) = 560 \text{ W.E.}$$

$$\text{Also Dampf notwendig. } \frac{19\ 800}{560} \sim 35 \text{ kg. / stdl.}$$

$$\Delta m = \frac{250 + 140}{2} - \frac{170 + 110}{2} = 55^\circ \quad K = 100$$

$$H = \frac{19\ 800}{100 \times 55} = 3,6 \sim 5 \text{ m}^2$$

Kondensator.

<u>Abzukühlen:</u>	Dampf	200 x ( 640 - 15 ) = 125 000 W.E.
		60 x ( 640 - 15 ) = 37 500 "
		60 x 100 = 6 000 "
		60 x 0,5 ( 40-15 ) = 750 "
		<hr/>
		169 250 W.E.

$$\sim 170\ 000 \text{ W.E.}$$

$$\Delta m = \frac{100 + 15}{2} - \frac{30 + 20}{2} = 32^\circ$$

$$K = 100 \quad H = \frac{170\ 000}{100 \times 32} \sim 53 \text{ m}^2$$



Erwärmung des Schwelwassers im Kondensator.

$$\frac{170\ 000}{20\ 000} = 8,5$$

Bei angenommen durchschnittl. Schwelwassertemperatur von 20° würde dasselbe hinter dem Kondensator mit 28° abfließen.

Zur Aufwärmung auf 35° sind noch

$$20\ 000 \times (35 - 28) = 140\ 000 \text{ W.E. nötig.}$$

durch Dampf H.D. 250° 700 W.E.

$$700 - 200 = 500$$

$$\frac{140\ 000}{500} = 280 \text{ kg. stl.}$$

$$\Delta m \frac{250 + 30}{2} - \frac{35 + 25}{2} \approx 100^\circ$$

$$K = 100 \quad H \frac{140\ 000}{100 \times 100} = 14 \text{ m}^2$$

Ammoniakwerk Merseburg  
G.m.b.H.

Leuna Werke, den 18. Juli 1930

Phenol

21358

Entwurf  
zu einem Vorausgenehmigungs-Antrag.

Zu Progr.Nr.....  
Abteilung: Stickstoff  
Betrieb: Rückkühlwasser-Klärbetrieb  
Bau Nr.: Me 336

Die an 2 Stellen des Werkes nämlich in der Hydrierung und in der Schwelanlage anfallenden phenolhaltigen Abwässer konnten bisher in der Weise von ihrem Phenolgehalt befreit werden, dass sie in den Neustädter Becken des Rückkühlwasserklärbetriebes mit dem aus der Braunkohlenvergasung stammenden aktiven Braunkohlenstaub (Elektrofilterstaub) längere Zeit in Berührung blieben. Das Phenol wird dabei von dem aktiven Kohlenstaub adsorbiert und gelangt mit ihm zusammen als Schlamm auf die Halde.

Im Laufe der nächsten Monate wird die Phenolbeseitigung nach diesem Verfahren unzureichend werden, da

- 1) die anfallenden Phenolmengen dauernd zunehmen,
- 2) der Elektrofilterstaub wegen der starken Verunreinigung des Rückkühl- bzw. Schlammwassers durch CaS in der Hauptsache nicht mehr über die Neustädter Becken, sondern durch Verbrennung unter dem Dampfkessel beseitigt werden soll.

Die Beseitigung der Phenole soll daher künftig in der I. Stufe bis auf etwa 90% Extraktion mittels Trikresylphosphat erfolgen, während der Rest in der II. Stufe nach dem bisherigen Verfahren entfernt wird. Die hierzu erforderliche Extraktionsanlage soll nördlich von Me 336 errichtet werden.

Die Ausführung der vollständigen Anlage erfordert einen Betrag von ungefähr

RM .....

Wir bitten zur Vermeidung von Zeitverlust um Genehmigung zu sofortiger Bestellung bzw. Ausführung der nachstehend aufgeführten Gegenstände :

gez. Schmitz

D.a.Herrn Dir. Dr. Bauer  
" Dr. Bütefisch  
" Dr. Strombeck  
" Dr. Koppe  
" Ob. Ing. Sabel  
" Dr. Herold  
" Dr. Rumscheidt  
" Dr. Hanisch  
" Dr. Groß  
" Dipl. Ing. Rauscher

POOR  
COPY 41

Leuna Werke, den 18. Juli 1930

21359

A n l a g e

zum Entwurf für einen Vorausgenehmigungs-Antrag  
betr. Errichtung einer Entphenolierungsanlage  
für Hydrierungsabwasser und Schwelwässer  
nördlich Me 336.

Begründung: Der derzeitige Anfall an Phenolwasser beträgt:

1)  $1200 \text{ m}^3/24^{\text{h}}$  aus der Hydrierung mit etwa  $1 \text{ g/l}$  Phenol,

2)  $75 \text{ m}^3/24^{\text{h}}$  aus der Schwelerei mit etwa  $4 \text{ g/l}$  Phenol. Der tägliche Phenolanfall

beläuft sich also auf etwa 1,5 t. Zusammen mit den Abwässern und dem Elektrofilterstaub des Vergasungsbetriebes gelangt das Phenolwasser in die Neustädter Becken des Rückkühlwasserklärbetriebes. Die Phenole werden hier durch adsorptive Bindung an den aktiven Braunkohlenstaub praktisch vollständig entfernt. Der mit Phenol beladene Kohlestaub wird dann als Schlamm ausgeschleust und auf der Halde gedreht.

In längeren Betriebsperioden konnte festgestellt werden, dass die Grenze der Leistungsfähigkeit dieser Art Phenolbeseitigung bei etwa  $0,020 \div 0,030 \text{ kg Phenol/kg Braunkohlenstaub}$  liegt. Bei diesem Verhältnis beträgt der Phenolgehalt des entphenolierten Wasser  $1,0 \div 2,0 \text{ mg/l}$ . Dieser augenblickliche Zustand der Phenolbeseitigung wird in Kürze wesentliche Veränderungen erfahren:

a) Zur Beseitigung der  $\text{H}_2\text{S}$  Geruchsbelästigung und der schädlichen sauerstoffzehrenden Verunreinigungen des Werkswassers darf der CaShaltige Elektrofilterstaub nicht mehr mit dem Rückkühlwasser in

Berührung kommen, sondern muss auf andere

POOR  
COPY

41



Art besätigt werden. Die grösste Menge dieses Staubes soll daher künftig im Dampfbetrieb verfeuert werden. Von der jetzt anfallenden Menge werden später nur etwa 10 % zur Phenolbindung zur Verfügung stehen. Das Verhältnis: Phenol : Staub wird die obengenannte Grenze erheblich überschreiten.

- b) Eine weitere Verschlechterung wird durch den erwartenden erhöhten Phenol<sup>zu</sup>anfall eintreten. Durch den Ausbau der Schwelerei soll die zur Erzeugung von 300 Tato Benzin benötigte Teermenge auf 450 Tato gebracht werden, dies entspricht einen Schwelwasseranfall von etwa 1600 m<sup>3</sup>/24h. Nimmt man an, dass die Phenolconcentration des Schwelwassers 3 g/l beträgt, so beläuft sich der Phenolanfall auf 4,8 Tato. Dazu kommen noch 200 m<sup>3</sup>/24 h Phenolwasser aus der Hydrierung mit einem Gehalt 10 g/l, sodass mithin nach vollständigem Ausbau der Schwelerei insgesamt 1800 m<sup>3</sup> Phenolwasser entsprechend 6,8 Tato Phenolöl anfallen.

In der ersten Stufe dieser Entwicklung d.h. etwa vom November d. J. ab wird der Schwelwasseranfall auf 280 m<sup>3</sup>/24 h steigen, die insgesamt zu reinigende Phenolwassermenge also 480 m<sup>3</sup>/24 h und der Phenolöl anfall rund 2 Tato betragen. Während augenblicklich die Verhältniszahl Phenol : Braunkohlenstaub 0,02 - 0,03 beträgt, wird sie ab November auf 0,4 - 0,6 ansteigen, nach endgültigen Ausbau der Schwelerei auf 1,2 - 1,8. Unter diesen Umständen ist der Reinigungs

POOR  
COPY

41

effekt des Adsorptionsverfahrens sehr gering. Die Entphenolierung muss daher auf andere Weise erfolgen und es wird auf Grund von Versuchen im Laboratorium und mit einer (betriebsmäßig arbeitenden) Versuchsanlage vorgeschlagen, die Entfernung der Phenole durch Extraktion mittels Trikresylphosphat vorzunehmen. Aus Gründen der Wirtschaftlichkeit führt man diese Extraktion so durch, dass noch etwa 500 mg/l Phenol im Schwelwasser verbleiben. In der II. Entphenolierungsstufe wird dieser Restgehalt durch den im Rückkühlwasser der Neustädter Becken suspendierten Elektrofilterstaubes (s.oben) entfernt.

Beschreibung: Die zur kontinuierlichen Entphenolierung von Phenolwasser mittels Trikresylphosphat erforderlichen Anlage besteht aus der Kläranlage: Vorklärbecken zur Klärung des Rohphenolwassers und Nachklärbecken zur Abscheidung von mitgerissenen Waschmitteltröpfchen aus dem entphenolierten Abwasser, der eigentlichen Extraktionsanlage: Waschturm mit Flüssigkeitspumpen und Hilfsbehälter - und der Regenerierungsanlage zur Entfernung der Phenole aus dem phenolbeladenem Waschmittel: Destillierkolonne mit Kühler, Vakumpumpe und Hilfsbehältern. Zur Betriebung der ganzen Anlage sind elektrische Energie, Hochdruckdampf und Kühlwasser erforderlich.

Eine Prüfung der örtlichen Verhältnisse ergab, dass der Errichtung der Entphenolierungsanlage zweckmässig in unmittelbarer Nähe der Neustädter Becken des Rückkühlwasser-Klärbetriebes geschieht.