

A. Grünwald

LK

B36

2. Verseifung

1823

Der vom Estersammelbehälter kommende konzentrierte Ester wird mittels Pumpe zu einem der beiden Mischer gefördert, wo er mit der erforderlichen Menge Wasser unter Kühlung verdünnt wird. Die Verdünnung soll so eingestellt sein, daß der verdünnte Ester etwa 25-30 % Schwefelsäure enthält. Als Verdünnungswasser benutzt man Kondensat, um in der nachgeschalteten Kaskadenanlage und besonders in der Konzentrierungsanlage für die anfallende verdünnte Säure Korrosionen des Bleies durch den Chlor- und Kalkgehalt des gewöhnlichen Wassers zu vermeiden. Die zufließende Wassermenge wird durch eine Ringwaage angezeigt und auf einem Diagrammstreifen aufgezeichnet. Die zufließende Estermenge wird durch einen Rotamesser angezeigt. Die Kühlung der Mischer ist als Mantelkühlung ausgebildet. Als Kühlwasser muß in der heißen Jahreszeit Frischwasser benutzt werden; im Winter genügt Rückkühlwasser.

Der verdünnte Ester fließt in einen Abscheider über, in dem sich eine obere dunkelbraun gefärbte Schicht abscheidet, die zum größten Teil aus Polymerbenzin besteht, daneben aber auch Alkohol und Äther enthält. Diese obere Schicht ist bei einwandfreiem Arbeiten des Abscheiders praktisch säurefrei und fließt durch einen Trichter kontinuierlich in einen Sammelbehälter ab (Aufarbeitung dieser Schicht siehe unter Nebenprodukte).

Der verdünnte Ester fließt in dem Tempo, wie man Wasser und Ester dem Mischer zuführt, zur Kaskade. Hier tritt der Ester in den obersten Kocher ein, fließt von dort in den zweiten, dritten und vierten Kocher über, um diesen letzteren als alkoholfreie, verdünnte Schwefelsäure zu verlassen. Die verdünnte Restsäure geht zum Restsäurebehälter. Gleichzeitig werden die einzelnen Kocher durch eine Dampfbrause mit Wasserdampf beheizt. In der Wärme geht die eigentliche Verseifung vor sich. Der Wasserdampf trägt den Alkohol aus der Säure heraus in eine Brüdenleitung, in der die Wasser-Alkoholdämpfe der vier Kocher vereinigt werden. Wichtig bei dieser Arbeitsweise ist das genaue Einstellen der Temperaturen in den einzelnen Kochern. Die Temperatur muß in den einzelnen Kochern in ganz bestimmten Abständen ansteigen, und zwar so, daß der unterste Kocher am heißesten ist. Auf diese Weise wird der Alkohol stufenweise aus der Säure herausgekocht. Würde man versuchen, den gesamten Alkohol schon im ersten Kocher auszutreiben, so würde das Kochgut stark schäumen und ein großer Teil Säure würde in die Brüdenleitung gelangen.

Dies muß aber unter allen Umständen vermieden werden. Ein eventuelles Schäumen läßt sich durch die an den Kochern angebrachten Schaugläser leicht beobachten. Der letzte Kocher wiederum muß so heiß gehalten werden, daß die Restsäure auch tatsächlich alkoholfrei abläuft. Ein Rest von 0,2-0,4 % Alkohol in der Restsäure läßt sich allerdings kaum vermeiden. Als günstigste Temperaturen für die einzelnen Kocher hat sich folgende Reihe herausgestellt: 86° - 94° - 102° - 105°. Die Temperaturen werden mittels Thermoelement gemessen und an einem Temperaturschreiber registriert. Sind die Dampfschieber an den einzelnen Kochern einmal richtig eingestellt, so reguliert man kleinere Temperaturschwankungen an einem Hauptdampfschieber. Dabei richtet man sich am besten nach der Temperatur vom letzten Kocher, die man konstant auf 105° hält. Als Dampf wird 2,5 atü-Dampf gebraucht, der durch einen Regler auf einen Druck von 5 m Wassersäule heruntergeregelt wird. Die Dämpfe der Brüdenleitung werden in einem Blubbertopf mit Natronlauge gewaschen, um die letzten Anteile von mitgerissener Säure zu entfernen. Der Blubbertopf wird durch eine Dampfchlange beheizt. Das Niveau der Flüssigkeit läßt sich durch den Heizdampf regulieren. Abnehmendes Niveau = weniger heizen. Steigen des Niveau = mehr heizen. Zum Schutze des Blubbertopfes ist in die Brüdenleitung ein Abscheider eingebaut, in dem der größte Teil des mitgerissenen Sprühs aufgefangen wird. Von hier aus gelangt der Sprüh in den Kocher 3 zurück. Nach dem Blubbertopf werden Dämpfe in zwei hintereinandergeschalteten Kühlern kondensiert (der zweite Kühler kann in den Wintermonaten abgeschaltet werden). Als Kühlwasser genügt Rückkühlwasser. Der verdünnte Rohalkohol fließt zu den vorgesehenen Vorlagen. Der erste Kühler muß entlüftet werden, da in der Kaskade aus dem Ester ein Teil Butylen abgespalten wird. Die aus der Entlüftung austretenden Gase enthalten noch viel Alkohol, der in einem Luftwaschrohr mit Wasser entfernt wird. Das abgespaltenen Butylen wird dem Primärgasol der Stabilanlagen zugesetzt. Die Kocher sind mit Umgangsleitungen ausgerüstet, sodaß es möglich ist, bei etwaigen Reparaturen einen Kocher auszuschalten und mit drei Kochern zu fahren. Die durchgesetzte Menge an Ester~~x~~ muß dann natürlich etwas verringert werden.

Weiterhin besteht die Möglichkeit, die Kocher dampfseitig hintereinander zu schalten. Bei dieser Fahrweise gelangt der Dampf von Kocher 4 nach 3 und so fort. Auch bei dieser Schaltung wird am besten jeder der Kocher noch mit etwas direktem Dampf zusätzlich

geheizt. Um ein Schäumen zu vermeiden (was bei dieser Fahrweise leicht eintreten kann), entlüftet man die einzelnen Kocher etwas dadurch, daß man einen kleinen Teil des Dampfes direkt in die Brückenleitung abzieht. Bei dieser Fahrweise steigen die Drücke in den Kochern von oben nach unten an. Der Druckunterschied soll zwischen den einzelnen Kochern etwa 40-50 cm Wassersäule betragen, was dem Niveauunterschied zwischen den Überläufen der einzelnen Kocher entspricht. Auch dampfseitig läßt sich durch die angebrachten Umgangsleitungen eine wahlweise Abschaltung der einzelnen Kocher ermöglichen.

Anfahren der Kaskadenanlage.

2. Mischer einschalten, Kühlwasser auf Mischer, Kondensatoren und Luftwaschrohr. Blubbertopf anheizen.
1. 2. Kaskaden langsam anheizen. Bei zu raschem Aufheizen besteht die Gefahr, daß die Sicherheitstöpfe an den Kochern durchschlagen. Wenn die gewünschten Temperaturen erreicht sind:
3. Esterpumpe einschalten. Ester und Wasserzufluß zum Mischer in der gewünschten Menge einstellen.
4. Temperaturen durch Bedienen des Hauptdampfventils auf die erforderliche Höhe bringen.
5. Wenn die Kocher vom letzten Stillstand her nicht mehr gefüllt sind, vor dem Anheizen erst auffüllen.

Während des Betriebes.

1. Säuregehalt des Esters nach dem Mischer von Zeit zu Zeit durch Spindeln kontrollieren (25-30 % H_2SO_4).
2. Temperaturen und Drücke beobachten.
3. Lauge des Blubbertopfes prüfen, ob noch ^{alkoholisch}alkoholisch.
4. Luftwaschrohr im oberen Teil durch genügenden Wasserzusatz kalt halten.
5. Die einzelnen Kocher auf zu starkes Schäumen beobachten. Durch die Laterne am Sprühfänger vor dem Blubbertopf darf der Sprüh nur tropfenweise ablaufen.

Abstellen der Kaskade.

1. Ester- und Wasserzufluß abstellen.
2. Dampf abstellen. Heizung am Blubbertopf abstellen.
3. Kühlwasser an Mischer, Kondensatoren und Luftwaschrohr fortnehmen.

2/18.10.1900