

Monatsbericht der Alkoholanlage, Juni 1941.

Absorption.

Während des ganzen Monats wurde die neue Fahrweise eingehalten, bei erst mit dem Rühren begonnen wurde, wenn der Autoklav mit Gasol und Säure gefüllt war. In den früheren Betriebsmonaten wurde dagegen schon beim Zusetzen der Schwefelsäure zum Gasol geführt.

Die Rührdauer betrug bis zum 7.6. noch 1 1/2 Stunden, wurde dann aber ohne Beeinträchtigung der Ausbeute auf 1 Stunde herabgesetzt. Die Höchsttemperaturen lagen im allgemeinen zwischen 45 und 55°, erreichten aber an einzelnen heißen Tagen auch 60°. Nimmt man als Durchschnittswert für die Olefinkonzentration 31 % an, so betrug das Molverhältnis Schwefelsäure bei einem Einsatz von 2 400 l Gasol und 730 l 75%-iger Schwefelsäure Olefin 1,13. Bei dem zeitweise hohem Olefingehalt von 35 % betrug dieses Verhältnis nur noch 1,00. Zur besseren Ausnutzung des Gasols wurden daher vorübergehend nur 2000 l Gasol auf 730 l Säure eingesetzt. Bei einem 35%-igen Gasol hat man dann noch 1,20 Mol Schwefelsäure auf 1 Mol Olefin. Diese Fahrweise wurde jedoch wieder aufgegeben, da zur Verdünnung des Esters grössere Wassermengen erforderlich waren, für deren Verdampfung die Leistungsfähigkeit der Schwefelsäurekonzentrierung nicht ausreichte.

Kaskaden.

Nach dem Auswechseln von Kocher 2 zeigten sich in der Kaskade Temperaturschwankungen, die in Abständen von 40-45 Minuten wiederkehrten. Die Restsäure erhielt bis zu 2 % Alkohol. Kocher 2 füllte sich bis zum Schauglas mit Ester, das Entlüftungsrohr ~~war~~ am Säureabfluss war dann vollständig von der Flüssigkeit bedeckt. Innerhalb einer Minute floss dann plötzlich der Inhalt von Kocher 2 infolge Heberwirkung über Kocher 3 und 4 in den Restsäurebehälter. Der Druck in der Kaskade war normal. Die Heberwirkung war auch nach Entfernung des Deckels von Kocher 2 beim Auffüllen mit Wasser zu beobachten. Nachdem das Tauchrohr zur Ableitung des Esters abgeschnitten worden war, arbeitete die Kaskade selbst bei einem stündlichen Durchsatz von 2100 l Wasser einwandfrei. Bei Druckanstieg in der Kaskade infolge starker Butylenentwicklung stieg der Stand im Esterabscheider an. Dadurch

1966

gelangte Ester in die Abflussleitung und in den Sammelbehälter für die obere Schicht und führte dort zu Korrosionserscheinungen. Aus diesem Grunde wurde die Ableitung für die obere Schicht durch eine Steckscheibe verschlossen. Die obere Schicht muss abgehört werden, bevor sie in die Kaskade übergehen kann, da sie durch Schlamm- und Teerbildung die Kaskaden und die Schwefelsäurekonzentrierung verschmutzen würde. Die Kühlung der Mischer ist an heißen Tagen unzureichend. Die Temperatur des in Kocher 1 eintretenden Esters betrug zuweilen  $50^{\circ}$ .

#### Gasolverdampfung.

Aus den Dampfdrücken des Gasols und des Diälanols lässt sich berechnen, dass schon bei einer Temperatur ~~bei~~ von  $40^{\circ}$  im Dampfraum vollständige Verdampfung zu erreichen ist. Die bisherigen Temperaturen lagen oft bei  $80-90^{\circ}$ . Als neue Betriebstemperatur wurde auf Grund der erwähnten Berechnung  $50^{\circ}$  festgesetzt. Es wurde zunächst versucht, die Temperatur durch Drosselung des Hauptdampfstromes zur Polymeranlage auf 0,7 atü zu erreichen. Dann ist aber die Kondensation in der Leitung zum Dampfdruckregler für die Kaskaden zu gross. Man hält daher besser den eintretenden Dampf auf 2 atü und regelt die Verdampfungstemperatur durch Betätigung des unmittelbar vor dem Verdampfer sitzenden Schiebers. Eine genaue Einhaltung der Verdampfungstemperatur von  $50^{\circ}$  ist bei der stark schwankenden Belastung nicht zu erreichen. Zweckmässig wäre eine automatische Temperaturregelung.

#### Geplante Änderungen.

Abschaffung der Esterpumpen und der Säurepumpen. Undichtigkeiten der Stopfbüchsen und häufige Reparaturen legen eine vollständige Ausschaltung der Pumpen nahe. Es ist daher geplant, den Esterbehälter nach dem 2. Stockwerk der Anlage zu verlegen. Der Ester wird dann unter den Druck des Restgasols aus dem Autoklaven nach oben befördert. Er kann unter natürlichem Gefälle über einen Siemens-Gemischregler in den Mischer geschickt werden.

Für die Förderung der Frischsäure kann ein bereits vorhandenes Pulsometer benutzt werden, dass aber tiefer als der Frischsäurebehälter stehen muss, da es die Flüssigkeit nicht ansaugen kann. Zur besseren Regelung der t für jeden einzelnen Kocher  
eine Dampfmenge messung v ~~ist~~ dieser Gelegenheit

wird auch der Staurand für die Messung der gesamten Dampfmenge in den Bedienungsraum verlegt, sodass im Winter ein Einfrieren der Messleitung ausgeschlossen ist. Bei grösseren Reparaturen gelangt zuweilen Säure in die Abwasserleitung. Zur Vermeidung von Korrosionsschäden wird eine Kalkneutralisation gebaut.

Produktion.

Zu nachstehender Tabelle:

Der angegebene Olefincinsatz ist nicht ganz sicher, da nicht von allen zur Absorption gelangten Gasolvorlagen Analysen bekannt sind. Der Umsatz des Olefins zu Ester ist nicht ganz so gross wie bei den Laboratriumsversuchen ( 54 % gegenüber 60 %). Die stärksten Verluste treten bei der Aufarbeitung des Rohalkohols in der Avonariusanlage auf. Sie sind bisher noch ungeklärt.

Zahl der Chargen:

pro Monat	444
pro Tag	14,8
to $H_2SO_4$ 75%-ig pro Monat	542

Gasol:

to pro Monat (ca. 31% Olefin)	611
to Olefin pro Monat	190

Esterproduktion:

% ROH	21,2
% Olefin	15,8
to Ester pro Monat	644
to Ester pro Tag	21,5
to Olefin pro Monat	101,8
to ROH pro Monat	136
% v. einges. Olefin verestert	54

Wasserfreier Rohalkohol:

to pro Monat	115,9
% vom Esteralkohol	85

Reinalkohol:

to pro Monat	84,9
% vom Rohalkohol	73,3
%-tuelle Ausboute bez. auf einges. Olefin	33

### 1. Absorption.

Der ~~Schwefel~~ Olefingehalt des eingesetzten Gasols betrug an einzelnen Tagen bis zu 37 %. Bei einer Rührwerksfüllung von 2400 Ltr. Gasol und 730 Ltr. Schwefelsäure ist dann das Gasolverhältnis Schwefelsäure / Olefin = 0,91, während es bei einem 30 %igen Gasol noch 1,2 ist. Bei einem Gehalt von 35 % Olefin im Gasol ist das genannte Verhältnis gerade 1,0.

Als mit diesem Verhältnis von Schwefelsäure zu Olefin gearbeitet wurde, hatte das Dilenol ausserordentlich schlechte Eigenschaften. Einzelne Proben zersetzten sich bei der Siedanalyse schon vor dem Siedebeginn unter Schwarzfärbung und  $S O_2$ -Abspaltung.

Über die Befreiung des Dilenols von Schwefelverbindungen ist ein besonderer Bericht vorgesehen.

Um beim Ablassen des Esters aus den Rührwerken den Wechsel zwischen Ester und Restgasol besser feststellen zu können, wurde in die Leitung zwischen dem Estersammelbehälter und den Rührwerken ein Manometer eingebaut. Beim Ablassen des Esters zeigt das Manometer einen Druck von rund 2,2 atü an. Der Übergang von Ester zu Gasol macht sich durch ein Ansteigen des Druckes auf rund 3,8 atü bemerkbar.

### 2. Esterverseifung.

Der Durchsatz durch die Kaskaden betrug bis zu 2000 Ltr. Wasser/h. Das entspricht einem stündlichen Durchsatz an verdünntem Ester von 3,42 t = 2,96 m<sup>3</sup>. Bei einem Gesamtinhalt der Kaskaden von 2 m<sup>3</sup> berechnet sich dann eine Verweilzeit von rund 40 Minuten. Bei diesem hohen Durchsatz war es schwierig, den Alkoholgehalt in der Restsäure niedrig zu halten. Der Alkoholverlust in der Restsäure betrug 2 - 4 % vom durchgesetzten Alkohol.

Am 24.11. wurde das Widerstandsthermometer vom Kocher 2 durch Säureeinwirkung beschädigt.

Die Butylenabspaltung betrug im allgemeinen 10 - 13 % vom durchgesetzten Olefin (Propylen und Butylen).

### 3. Gasolverdampfung.

1969

Am 28.11. wurde in die Leitung für das Restgasol unmittelbar hinter der Verdampfung ein Laugezerstäuber eingebaut. Durch die Neutralisation des  $S O_2$  soll der Kondensator vor Korrosion geschützt werden. Der zwischen Zerstäuber und Kondensator liegende Raum wurde mit Raschigringen ausgefüllt. Bei einem täglichen Gasoldurchsatz von  $9000 m^3$  und einem Gehalt von  $1 g H_2S O_4 / m^3$  sind 65 Ltr. 10 %ige Natronlauge zur Neutralisation erforderlich. Die pro Stunde benötigte Lauge menge beträgt dann 2,7 Ltr., sie kann an einem vor dem Zerstäuber eingebauten Rotamesser eingestellt werden. Zur Zerstäubung wird Gasol aus dem Restgasolbehälter mit einem Druck von ca. 3 atü entnommen. Die Einstellung des Drucks erfolgt durch ein Reduzierventil.

Nach dem Laugezusatz zeigte sich ein verstärkter Schlammfall im Dilenolabscheider. Der Schlamm enthält Eisenhydroxyd, das durch die Lauge ausgefällt wurde.

Die Verwendung von Soda an Stelle von Lauge ist nicht zweckmässig, da Sodalösung im Winter zu leicht gefriert. Der kryohydratische Punkt liegt bei  $- 2,1^{\circ}$ . 10 %ige Natronlauge gefriert dagegen erst bei  $- 10^{\circ}$ , 14 %ige bei  $- 17^{\circ}$ , 18 %ige bei  $- 25^{\circ}$ .

Zur Kontrolle der Zerstäuberwirkung soll noch ein Hahn hinter den Raschigringen angebracht werden, an dem eine Gasolprobe zur Bestimmung des Säuregehalts entnommen werden kann.

Der neue Kondensator wurde gleichzeitig mit dem Zerstäuber in Betrieb genommen.

### 4. Alkoholentwässerung.

Am 9.11. wurde der Abzug des Alkohols von der A- Kolonne nach  $N K_1$  vom 12. auf den 25. Boden verlegt. Damit stehen jetzt 13 weitere Böden zur Trennung von Isopropylalkohol und Butylalkohol zur Verfügung, die für die Entwässerung nicht erforderlich waren. Die Alkoholdampf temperatur beim Eintritt in  $N K_1$  liegt jetzt bei  $87^{\circ}$ , während sie vor der Änderung bei  $92 - 94^{\circ}$  lag. Aus der Aufnahme des Temperaturverlaufs in der A- Kolonne ergibt sich, dass es zur besseren Überwachung zweckmässig ist, noch in den 17. und 18. Boden Thermometer einzubauen. Das Thermometer auf dem 30. Boden ist überflüssig, da zwischen dem 26. und 38. Boden eine Temperaturdifferenz von nur  $1^{\circ}$  besteht.

1970

5. Säurekonzentrierung.

Am 7.11. wurden beide Vogelbusch-Verdampfer in Betrieb genommen. Der Verdampfer der Bamag-Anlage war durch Zerstörung weiterer Rohre unbrauchbar geworden. Die schadhaften Stellen befinden sich ungefähr 20 cm über dem unteren Rohrende. Die beschädigten Rohre zeigen an dieser Stelle eine Erweiterung, die durch einen von innen wirkenden Druck hervorgerufen sein muss. Diese Zerstörungen traten nicht nur bei Bleirohren, sondern auch bei verbleiten Eisenrohren auf. Die Vogelbusch-Verdampfer arbeiteten einwandfrei. In das Fallwasser ging keine Säure mehr über.

6. Produktion (vgl. Bilanzbogen der Alkoholanlage).

Der Umsatz des Olefins zu Ester erreicht erst 90 % des im Laboratoriumsversuch gefundenen Wertes. Es wurden nämlich 54 % des eingesetzten Olefins verestert gegenüber 60 % im Laboratoriumsversuch.

Es wird mehr Rohalkohol als Esteralkohol gefunden. Dieser Unterschied ist vermutlich auf eine unrichtige Messung des Rohalkohols in den Vorlagen zurückzuführen. Es ist nämlich vorgekommen, dass infolge Platzmangels eine Vorlage schon wieder gefüllt werden musste, bevor sie vollständig entleert war. Dadurch wird ein Teil des Alkohols doppelt gemessen. Der Fehler wird dadurch noch grösser, da es gerade die alkoholreiche obere Schicht ist, die doppelt gemessen wird. Dieser Fehler lässt sich erst mit Sicherheit vermeiden, wenn noch eine dritte Vorlage zur Aufnahme des wässrigen Rohalkohols zur Verfügung steht.

P.  
Koch

G

Tr.W., den 5. Mai 1942  
Dr.Ko./Sch.

1971

Monatsbericht der Alkohol-Anlage, April 1942.

Absorption.

Der Olefinumsatz zu Ester betrug im Monatsmittel 62,8 %. Damit ist der im Laboratorium erreichte Wert von 60 % bereits überschritten. Eine sichere Erklärung für den guten Olefinumsatz kann zur Zeit noch nicht gegeben werden. Es ist möglich, dass der hohe Olefingehalt des eingesetzten Gasols (Monatsmittel 32,6 %) eine Rolle spielt.

An der Welle von Rührwerk 1 wurde die Temperatur oberhalb der Stopfbüchse mit Thermocolorfarben gemessen. Sie liegt zwischen 40 und 60°.

Am 21.4. wurde der SO<sub>2</sub>-Gehalt in zwei Frischsäuren aus den Kesselwagen bestimmt, er betrug 0,03 und 0,008 % SO<sub>2</sub>.

Ab 24.4. wurden Butylen und Stopfbüchsen gas getrennt abgeleitet. Das Butylen geht zur Lurgi-Anlage, das Stopfbüchsen gas zum Wilke-Kompressor.

Am 17.4. hatte die Frischsäure nur das spez. Gewicht von 1,646, das entspricht einem Schwefelsäuregehalt von 72,6 %. Durch Verdünnung und anschließende Destillation wurden 1,45 % Alkohol festgestellt. Es ist also Gasol in das Dosiergefäß gelangt. In diesem Falle ist entweder ein Bedienungsfehler gemacht worden, oder die Ventile zwischen Rührwerk und Dosiergefäß schliessen nicht dicht.

Esterverseifung.

Beim Verdünnen des Esters wirken sich bereits die höheren Aussentemperaturen auf die Temperatur des Kondensats und des verdünnten Esters ungünstig aus. Bei einer Aussentemperatur von + 7° hatte der verdünnte Ester im Abscheider eine Temperatur von 56°.

Kocher 4 musste am 24.4. wieder ausgebessert werden.

1972

### Gasolverdampfung.

Am 30. 4. war der Kondensator korrodiert. Das Rohbündel war seit dem 28.11.41 in Betrieb. Am Laugezerstäuber war der aus  $V_2A$  bestehende aufschraubbare Kopf vollkommen korrodiert. Die Verbleiung war während der Betriebszeit von knapp drei Monaten nicht merklich angegriffen worden. Der Angriff scheint von innen durch das zur Zerstäubung benutzte  $SO_2$ -haltige Restgasol zu erfolgen. Am 1.5. wurde ein Zerstäuber aus Glas eingebaut.

### Alkoholentwässerung.

Am 7.4. wurde die A-Kolonne auseinandergenommen und an den Flanschen zwischen den Schüssen neu abgedichtet. Die Dichtungen wurden mit einer Leinölersatzmasse bestrichen. Die Flanschen haben jetzt 24 Schrauben, während vorher nur 12 Schrauben vorhanden waren. Am 10.4. wurde die A-Kolonne wieder angefahren. Am 21.4. zeigten sich bei einer Überprüfung keine Undichtigkeiten. Trotzdem gehen im Monatsdurchschnitt täglich  $1,4 t = 1,8 \%$  vom eingesetzten wasserfreien Rohalkohol verloren. Um eine mögliche Verluststelle zu beseitigen, wurde der Wärmeaustauscher vor  $VK_1$  abgeschaltet. Zur Überprüfung der Rohalkoholmessung in den Vorlagen wurde in die nach Tank 1 führende Leitung am 30.4. ein Flüssigkeitsmesser (Fabrikat Pollux) eingebaut.

Am 24.4. hatte der Isopropylalkohol von Vorlage 2 ein spez. Gewicht von  $0,7906 (15^\circ)$ , der Brechungsindex entsprach den üblichen Werten  $n_D^{20} = 1,3775$ . Mit Kaliumcarbonat war kein Wasser festzustellen. Bei der Siedeanalyse nach Engler betrug der Siedepunkt  $80,5^\circ$ . Bis  $82,0^\circ$  gingen  $13 \%$  über. In diesem Vorlauf konnte mit Kaliumcarbonat kein Wasser festgestellt werden. Bei Zusatz von Wasser zeigte sich eine starke Trübung, die vermutlich durch die Gegenwart von Benzol hervorgerufen wurde. Ein chemischer Nachweis ist aber hierfür noch nicht erbracht worden.

### Säurekonzentrierung.

Am 22.4. wurde eine neue Brüdenleitung eingebaut.

Am 15.4. wurden beide Vogelbusch-Verdampfer geöffnet. Beschädigungen der Rohre konnten nicht festgestellt werden. Verdampfer 2 zeigte Schlammablagerungen, die durch Auskochen mit Wasser beseitigt wurden.

Kalk.



Betriebsbericht für den Monat November.

1973

Produktion:

Propylalkohol	81,9 t
Butylalkohol	78,5 t
Äther	3,1 t
Dilenol	11,3 t

Sa. 174,8 t

Olefinumsatz	59,9 %
H <sub>2</sub> SO <sub>4</sub> -Verlust	4,2 t 60 <sup>o</sup> ige Säure.

Absorption.

Die Absorption wurde mit 40-45 % olefinhaltigem Gasol durchgeführt. Das von der I.G. Farbenindustrie gelieferte Propylen (16,7 t - 99,8 %-iges Propylen) wurde mit unserem Gasol derartig vermengt, dass der Olefingehalt 55-60 % betrug. Wir haben selbst bei diesem hohen Olefinsatz die H<sub>2</sub>SO<sub>4</sub>-Menge nicht erhöht, da bei 52 Mol-% Alkohol im Ester keine wesentlichen Mengen Olefin über die Monostufe hinaus aufgenommen wurden. Wir haben bei diesem grossen Propylenüberschuss die Kaskade und die Säure-Regenerierung bei erhöhter Alkoholproduktion nicht stärker belastet als früher. Wir werden jedoch bei der nächsten Propylenlieferung den Säureanteil erhöhen, um festzustellen, ob die Ausnutzung des I.G. Propylens verbessert werden kann. Aus 16,7 t Propylen wurden etwa 14 t Propylalkohol erzeugt bei einem 60 %-igen Olefinumsatz; siehe Notiz vom 30.11.42. Betriebstechnisch war Gasol mit einem derartig hohen Olefingehalt (55-60 %) glatt zu verarbeiten. Die Mantelkühlung war vollkommen ausreichend. Die Produktion wurde mit 2 Rührwerken erzeugt, wobei das 2. wegen zu grosser Undichtigkeit an der Stopfbüchse nur 17 Tage in Betrieb war. Bezüglich der Abdichtung der Stopfbüchse haben wir einwandfrei feststellen können, dass unsere Rührwerkswellen nicht zentrisch laufen, wodurch die Packungen ausgeschlagen und undicht werden. Wir haben

deshalb die Remanitwellen aus Rührwerk 2 und 3 zunächst selbst und bei der G.H.H., dann aber bei M.A.N. ausrichten lassen. Die ausgerichteten Wellen liefen nur ganz kurze Zeit einwandfrei, um bald wieder den exzentrischen Lauf zu zeigen, eine Erscheinung, die wohl mit der Faserstruktur des Remanit in Zusammenhang steht. Gleiche Schwierigkeiten an Rührwellen wurden bei den Mischern erst dann behoben, als wir statt Remanit Stahlwellen einsetzten. Es soll deshalb in Rührwerk 3 eine verbleite Stahlwelle eingebaut werden; in Zukunft soll auch die Verbleiung fortfallen und mit reinem Stahl gearbeitet werden..

Die Rührzeit der Autoklaven wurde um  $1/4$  Stunde erhöht, auf  $1 \frac{1}{4}$  Stunde festgesetzt.

#### Esterverseifung.

Bei hoher Belastung der Kaskade über 1700 Liter Wasser/h hinaus zeigen die Kocher Schaumbildung und Überdruck, besonders wenn die Esterkonzentration mit ca. 25 %  $H_2SO_4$  und dem hohen Alkoholgehalt mit 12-13 % überschritten wurde. Da die Esterverseifung z.Zt. den Erpass der Anlage darstellt, werden wir versuchen, entweder den Ester weniger stark zu verdünnen oder aber bei grösserer Verdünnung und gleichzeitig stärkerem Durchsatz die Gesamtleistung der Anlage zu erhöhen. Im Laboratorium werden in gleicher Richtung Versuche aufgenommen. Der Staurand, an dem die Butylenabspaltung gemessen wurde, war durch Kondensatbildung unzuverlässig. Wir haben deshalb die Butylenleitung bis zum Staurand beheizt und dadurch die Abscheidung von Flüssigkeit an der Meßstelle verhindert; vergleichende Messungen mit der Wärme- stelle ergaben übereinstimmende Werte.

#### Gasolverdampfung.

Der Kondensator nach der Gasolverdampfung ist durch Korrosion stark angegriffen.

Laboratoriumsversuche über die Reinigung des Restgasols in flüssigem Zustand über Phenollauge hatten ein gutes Ergebnis, so dass wir dieses Verfahren für den Betrieb projektieren. Der Drehkolbenzähler für die Messung des Restgasols wurde Ende des Monats hinter dem Gasometer eingebaut.

1975

Alkohol-Entwässerung.

Zur Messung des in die Entwässerung eingehenden Rohalkohols wurden 2 Trommelzähler parallelgeschaltet vor VK<sub>1</sub> in Betrieb genommen. Am 23.11. gelangte durch Unachtsamkeit Äther aus der Vor- in die Nachreinigung. Die Erzeugung des verunglückten Rohalkohols betrug etwa 7000 Liter.

Säure-Regenerierung.

Der Nachverdampfer lief ohne jede Störung. Wider Erwarten hielten sowohl die gußeisernemaillierten als auch die Fesi-Rohre der Beanspruchung stand.

Dilenol-Reinigung.

Die Dilenol-Reinigung lief ohne Störung.

Haus

Betriebsbericht für den Monat März 1943.

1976

Produktion:

Isopropylalkohol	90,1 t
Butylalkohol	113,2 t
Ather	8,4 t
Dilerol	8,8 t

Sa. 220,5 t      220

Gasolverlust	6,0 t
Olefinumsatz	60,4 %
H <sub>2</sub> SO <sub>4</sub> -Verlust	230 kg

Absorption.

Über die Versuche zur Abdichtung der Rührwerke können wir zunächst zusammenfassend folgendes berichten: Bei Beobachtung der laufenden Rührwellen ohne Verpackung zeigte sich, dass die Wellen zum Teil einn sehr exzentrischen Gang aufwiesen. Wir haben deshalb bei sämtlichen Einbauten sorgfältig darauf geachtet, dass sowohl Propeller als auch Rührwelle in gut ausgewuchtem Zustand eingesetzt wurden und ohne Packung in gefülltem Behälter zentrisch liefen. Trotz Einhaltung dieser Bedingungen war die Abdichtung nicht zu erzielen. Wir beobachteten weiter, dass grosse Gasolmengen durch die Unebenheiten der Verbleiung im Storbüchsenraum ausströmten. Deshalb haben wir an dieser Stelle Blei durch Stahl ersetzt, der wegen der grösseren Härte sowohl durch den Packungsdruck als auch beim Aus- und Einbauen der Packung nicht beschädigt werden kann. Daneben haben wir die als nachteilig befundenen Metallzwischenringe der Kempchen-Packung, die unsere Wellen stark einseitig abnutzten, durch Einbau einer neuartigen Packung umgangen. Gemeinsam mit den Deutschen Asbest-Werken haben wir die Fenax-Packung (Hanf-ausdruck) eingesetzt, die wegen ihrer Festigkeit auf obige Metallzwischenringe verzichtet kann. Bei Beachtung aller dieser Gesichtspunkte konnten die Rührwerke vollkommen dicht gehalten werden. Es hat sich aber gezeigt, dass die Wärmeentwicklung bei 100 Liter Abdichtung (Fehlen der Kühlung durch ausströmendes Gasol) erheblich ist; Messungen ergaben bei frisch eingesetzten Packungen

1977

Erwärmungen der Stoffbüchse bis zu ca. 150°, nach längerer Laufzeit bis zu 70°. Wir haben deshalb zunächst bei Rührwerk II Wasserkühlung einbauen lassen. Daneben werden wir ein hitzeempfindlicheres Packungsmaterial versuchen, in dem Manf durch Asbest weitgehend ersetzt ist. Mit der Tenax-Packung haben wir im Berichtmonat ohne Wasserkühlung die Rührwerke über eine Laufzeit von ca. 14 Tagen vollkommen dicht halten können. Wir sind der Ansicht, dass grundsätzlich das Abdichtungsproblem an den Rührwerken gelöst ist. Wir werden jedoch durch obige Maßnahmen versuchen, die Haltbarkeit der Packungen zu erhöhen. Die Haltbarkeit der Tenax-Packungen beschränkt sich ohne Wasserkühlung auf nur etwa 14 Tage.

Die Verbleiung des Remanit-Propellers in Rührwerk III, die an sich überflüssig ist, hatte sich im Laufe der Zeit einseitig abgelöst und einen ungleichmäßigen Gang des Rührers verursacht. Da Blei mit Remanit keine haltbare Bindung eingeht, haben wir die Verbleiung des Propellers heruntergenommen. Rührwerk IV wird nach unseren neueren Erfahrungen mit Stahlbüchse und Wasserkühlung ausgestattet. Durch den vielfachen mit den Packungsversuchen verbundenen Ausbau der Rührwerke lag die Produktion zeitweise niedrig.

#### Esterverseifung.

Die Undichtigkeit des Blubbertopfes durch gelegentliches Sauerfahren konnte durch Verstemmen wieder beseitigt werden. Die Thermolemente an Locher 3 und 4 wurden ausgewechselt. Die Kondensatoren für Rohalkohol wurden mehrmals entschlammt.

#### Alkohol-Entwässerung.

Die in die 4 oberen Schüsse eingelegten Asbestdichtungen haben bis heute der Beanspruchung standgehalten und sind vollkommen dicht geblieben. Die C-Kolonne wurde teilweise mit dem gleichen Material abgedichtet, allerdings hier mit weniger gutem Erfolg. Wir vermuten, dass hier die leinölgetränkte Asbestdichtung durch übermäßig lange Laufzeit zu hart wurde und dadurch nicht mehr schmiegsam genug war. Bei Abdrücken auf Dichtigkeit mussten in den Vorreinigungskolonnen mehrere Handlochdeckel frisch abgedichtet werden. NK<sub>1</sub> und NK<sub>2</sub> blieben verhältnismäßig gut dicht.

#### Gasolverdampfung.

Die hochsiedenden Polymerbenzinanteile aus dem Sumpf des Gasolverdampfers werden vor Eingang in den Restsäurebehälter über einen kleineren

1978

Abscheider dem Rohdilenol zugeführt.

Säure-Regenerierung.

Der Restsäure-Vorratsbehälter zeigte Lochfraß; die korrodierte Stelle wurde von innen verlötet. Das Packstück unter dem grossen Abscheider war durch Korrosion undicht, so dass Luft durch die Leitung einge- zogen und die ablaufende Säure gestaut wurde, wodurch gelegentlich Säure ins Abwasser gelangte. Vermutlich ist durch Wärmespannung ein Fesi-Rührer des Nachverdampfers gerissen, der Schaden konnte provisorisch durch Überleben mit einer Kittmasse behoben werden.

Dilenol-Reinigung.

Keine Störungen.

*Klein*

Tr. W., den 4. Februar 1944

Betriebsbericht für den Monat Januar 1944

1979

Produktion:

Isopropylalkohol	92,3 to
Butylalkohol	134,4 "
Ather	9,7 "
Fuselöl	0,7 "
Dilenol	10,1 "
	247,2 to
Gasolverlust	11,7%
Olefinumsatz	61,1%
H <sub>2</sub> SO <sub>4</sub> -Verlust	2,0 to

Absorption

Über die Versuchsergebnisse der Veresterung mit 80%iger Schwefelsäure wird besonders berichtet; Die 80%ige H<sub>2</sub>SO<sub>4</sub> wurde durch Vermischen von 75%iger mit 96%iger Säure in den 2 Säuretanks hergestellt. Wir haben sowohl Gasol der eigenen Erzeugung (45% CnHm) als auch mit Frempropylen auf 50% angereichertes Gasol in 80%iger Säure absorbiert. Die Temperaturführung wird besonders bei Anwendung von 50%igen Olefin und 750 l 80%iger Säure trotz Kühlung mittels Frischwasser sehr erschwert, sodass der Rührprozess mindestens einmal wegen zu starker Erwärmung unterbrochen werden muss. In allen Fällen lief die Säure langsam während des Rührens in den Autoklaven ein, um die Temperatur auf max. 60° halten zu können. Es wurde mit dieser Säurekonzentration auf max. 60° gehalten, sodass bei Annahme, das aufgenommene Olefin liege als Monoester vor, nur noch geringe Anteile freier Schwefelsäure vorhanden waren. Eine verstärkte Dilenol- und Atherbildung wurde bei der höheren Säurekonzentration nicht beobachtet. Es wurde nun weiter versucht, die Säureregeneration zu halten. Bei einem täglichen Zugang an Frischsäure, die 80% H<sub>2</sub>SO<sub>4</sub> über ungefähr einmal die auf 80% regenerierte Säure im Kreislauf zu gehen lassen. Eine verbesserte Absortionsfähigkeit bei Veresterung Säure konnte nicht eindeutig beobachtet werden. Die Säure selbst war gegenüber der einmal regenerierten schwarz gefärbt und die enthaltenen Verunreinigungen betragen etwa das 2 bis 3-fache, die gleichzeitig bei der Endkonzentration von 60 auf 80% in Form kohligter Masse, in SO<sub>2</sub>-Spaltung festzustellen, die anhand eines versuchsweise eingebauten P<sub>2</sub>-Messgerätes gut zu verfolgen war. Es soll in Kürze versucht werden, ob bei einer Konzentrierung auf 75% ähnliche Nachteile in der Regenerierung auftreten. Auf Grund der Schwankungen des Alkoholgehaltes im Ester der einzelnen Rührwerke haben wir die Füllung derselben mittels eines Ovalradzählers überprüft und einen sehr unterschiedlichen Gasoleinsatz der Chargen festgestellt. Die Füllung schwankt zwischen 1900 bis 2100 l bei angenommenen 2300 l. Dieser Nachteil konnte selbst durch Aufgabe von Überdruck auf das entleerte Rührwerk nicht vermieden werden. Rührwerk 2 (Remanit-Welle) konnte wegen zu grosser Undichtigkeit der Stopfbüchse nicht in Betrieb geleiten.

1980

### Ester-Verseifung

Kocher 4 Mittelstück und Dampfbrause erneuert. Plubbtopf-Tauchrohr ausgewechselt. Die Kaskade wurde wegen des hohen Alkoholgehalts des verdünnten Esters 16 - 18% bei Einsatz von 80%iger Schwefelsäure mit 1100 bis 1200 l Wasser beschickt. Auf Grund der längeren Verweilzeiten waren nur Spuren Alkohol in der Restsäure. Zur Brühung des Esterdurchsatzes wurden die Schwimmer der Rota-Messer durch einen Bleiernen Ring beschwert.

### Entwässerung

Auf Grund der Dekadenzbilanz im letzten Monat war der Verlust in der Entwässerung offensichtlich gegenüber dem Vormonat stark erhöht. Zur genauen Erfassung der Verluststellen wird der keramische Trommelzähler für die Rohalkoholmessung und ein Ovalradzähler für die Erfassung der Nachreinigung vor die A-Kolonne geschaltet.

### Regenerierung

Der Nachverdampfer konzentrierte seit Beginn des Betriebsmonats mit 7 Kolben. Bis zu welchem Säuredurchsatz eine Endkonzentration von 70% erreicht wird, soll noch festgestellt werden. Die Konzentrierung bis 80% hat sich wegen des zu geringen Durchsatzes einerseits der übermäßig grossen Abscheidung der Verunreinigungen im Nachverdampfer und der  $SO_2$ -Abspaltung andererseits, als nicht günstig erwiesen. Es soll versucht werden, möglichst die Regenerierung auf 75% zu erreichen und die Konzentrierung auf 80% durch Vermischung von 96% Schwefelsäure zu erhalten. Auf Grund des versuchsweise eingebauten  $pH$ -Messgeräts konnte festgestellt werden, dass Säureverluste bei einer Konzentrierung bis zu 70% nicht merklich auftraten.

### Gasolverdampfung

Die Arbeiten zur Montage der Druckverdampfung wurden wieder aufgenommen. Trotz der früheren Schwierigkeiten Restgasol durch Kolbenpumpen zu fördern, werden wir zur Beschickung der Druckwäsche, die dampfseitig gesteuerten Gasolpumpen wieder verwenden, da wir annehmen, die Gasolresttrennung heute besser zu beherrschen und dadurch die Mitführung von Ester in die Pumpen vermeiden zu können.

### Dienolreinigung

Heizschlange erneuert.

