

**VERFAHREN ZUR KONTAKTEINFÜLLUNG**  
 Pat. Nr. 111/42  
 H. 619

Oberhausen-Holten, 8. Juni 1942

Verfahren zur Kontakteinfüllung in Synthesee-Öfen.

Kontaktöfen, wie sie für exotherme Gasreaktionen, insbesondere zur Ausführung der katalytischen Kohlenoxydhydratierung verwendet werden, bestehen vornehmlich aus senkrecht stehenden Rohrbündeln oder Faschen, die aussen von einem geeigneten gasförmigen oder flüssigen Kühlmedium umflossen sind. Es sind auch konzentrisch angeordnete Doppelrohre verwendet worden, deren ringförmiger Zwischenraum den Kontakt enthält, während das Kühlmittel durch das Innen- und um das Aussenrohr fließt.

Bei Verwendung senkrecht stehender Rohre wird meist eine sehr grosse Rohrzahl in zwei Rohrböden eingesetzt, die sich am oberen und unteren Ende eines zylinderförmigen Gefässes befinden. Der untere Rohrboden ist von einem Siebblech abgeschlossen, auf dem die einzelnen Katalysatorröulen ruhen.

Die Einfüllung des Kontaktes geht im allgemeinen derart vor sich, dass die Kontaktmasse auf den oberen Rohrboden des Kontaktapparates aufgebracht und durch Ausstreichen in die einzelnen Kontaktrohre oder Kontakttaschen verteilt wird. Hierbei werden die Kontaktrohre zwangsläufig bis zu ihrer Oberkante mit Kontaktmaterial angefüllt. Während der Synthese entsteht hierdurch der Nachteil, dass durch die in der Nähe des oberen Rohrbodens nur unzureichende Wärmeabfuhr bei exothermen Syntheseprozessen im oberen Teil die Kontaktmasse unerwünschte Überhitzungen und daraus folgende Synthese- bzw. Kontaktschädigungen entstehen.

Dieser Mißstand würde nicht auftreten, wenn man die Kontaktrohre nicht bis zur Oberkante, sondern beispielsweise nur bis 30 - 50 cm unterhalb ihres oberen Randes füllt würde. Eine derartige Kontakteinfüllung lässt sich in praktischen Betrieben bisher nicht verwirklichen. In die Rohrböden ist meist eine derart grosse Anzahl von Kontaktrohren eingesetzt ( z.B. 2500 Stck), dass eine individuelle Behandlung jedes Kontaktrohres ausgeschlossen ist.

Es wurde gefunden, dass man auch in einem Ofen mit einer Vielzahl senkrecht stehender Rohre ein gleichmässig unter der Rohr-Oberkante liegendes Kontaktniveau erzielen kann, wenn

**Geheim!**  
 1. Dieses / kann ein Staatsgeheimnis nach § 23 RStGB sein.  
 2. Weitergabe nur nach Genehmigung der Behörde.  
 3. Auf Bewahrung des "Einschreibens" im Reichsanzeiger ist die Verantwortung des Verfassers zu übertragen.

- 2 -

Der untere Teil des Kontaktapparates befindet sich mit einer schmelzbaren Masse sehr einem flüssigen Medium angefüllt wird, das dem Katalysator trägt. Diese Masse drückt man von unten her in die senkrecht stehenden Kontaktrohre bis zu einer Höhe ein, von welcher die Kontaktrohre beim Betriebe des Ofens unterhalb der Rohroberkante stehen sollen. Nach der Einführung der schmelzbaren oder flüssigen Masse am Boden des Kontaktrofens wird der Kontakt von oben her in der üblichen Weise bis zu den Rohroberkanten eingefüllt. Hierauf entfernt man das von unten eingeführte Medium wieder aus dem Apparat, z.B. dadurch, dass es zum Schmelzen gebracht wird. Die Kontaktmasse sinkt sodann in allen Röhren um den vorgesehene Betrag und bildet eine gleichmäßige Niveaufläche. Anstelle einer schmelzflüssigen Einbringung kann man das erwähnte Medium auch in Form von vorher angefertigten Massezylindern verwenden, die in die einzelnen Rohre eingesetzt werden.

Auf den beiliegenden Zeichnungen ist die Ausführung des neuen Verfahrens anhand eines Ofenbeispiels näher erläutert.

Fig. 1 zeigt einen schematischen Ofenlängsschnitt

Fig. 2 veranschaulicht die beendete Kontakteinfüllung, während aus

Fig. 3 der Zustand nach erfolgter Kontaktabsenkung ersichtlich ist,

Fig. 4 und 5 betreffen die Verwendung schmelzbarer Massezylinder.

Der Kontaktapparat besteht gemäss Fig. 1 aus einem Zylindermantel 1, in den ein oberer Rohrboden 2 und ein unterer Rohrboden 3 eingesetzt sind. Zwischen diesen Rohrböden sind zahlreiche senkrecht stehende Kontaktrohre 4 flüssigkeitsdicht eingesetzt. Unterhalb des Rohrbodens 3 liegt ein Siebblech 5, auf dem die einzelnen Kontaktrohren ruhen.

Nach unten ist der Kontaktapparat durch eine Haube 6 abgeschlossen, welche mit geeigneten Frangirungen ausgestattet sein kann. Oben erfolgt der Ofenabschluss durch eine Haube 7. Die Synthesegase treten durch den Rohrstutzen 8 ein und durchstreichen die Kontaktmasse von oben nach unten. Die entstehenden Syntheseprodukte werden mit dem verbleibenden Restgasen durch eine Rohrleitung 9 abgeführt.

Die Kontakthaltung erfolgt mit Hilfe eines verdampf-

teten Kühlwasser, dieses tritt durch die Rohrleitung 10 an unteren Ende des Apparates ein und wird im Inneren und/oder verdampften Zustande durch Leitung 11 abgezogen. Die Dichtungen 10 und 11 sind an einem Dichtungsbolzen 12 angebracht, aus dem bei 13 die verdampfte Kühlmittelentlastung abgezogen werden, während bei 14 eine entsprechende Menge von neuem Kühlmittel zufließt.

In die Kontaktrohre soll der Kontaktsator erfindungsgemäss bis zur Wismuthöhe e-b eingefüllt werden, ungelegens das flüssige Kontaktsolium bis zur Höhe des Ablaufstutzens 11 ansteigen kann.

Aus Fig. 2 ist die beendete Kontakteinfüllung ersichtlich. Vor der Einbringung des Kontaktes wird der Raubraum 6 und der untere Teil der Kontaktrohre 8 oder der an ihrer Stelle verwendeten Kontaktäume, allgemein gesprochen der Durchgangsweg der Synthesegase bis zur Höhe e-b mit flüssigem Paraffin angefüllt. Man lässt es durch die Rohrleitung 9 von unten her eintreten und durch Abkühlung zur Erstarrung kommen. Nach erfolgter Paraffinverfestigung wird der Kontakt in der üblichen Weise durch Aufbringen auf den oberen Rohrboden und Oblettstreifen eingefüllt. Nachdem die überschüssigen Kontaktmengen entfernt sind, ergibt sich der aus Fig. 2 ersichtliche Zustand.

Die von unten her eingebrachte Paraffinmasse wird nunmehr mit Hilfe von durchgeleiteten Dampf oder Heisswasser geschmolzen und durch den Rohrstutzen 9 abgezogen. Hierbei sinkt die Kontaktmasse in sämtlichen Röhren auf das untere Siebblech 5 herunter. Im oberen Teil der Kontaktrohre stellt sich sodann das angestrebte, im vorgeschriebenen Ausmass unterhalb des oberen Rohrbodens liegende Kontaktsolium e-b ein.

Anstelle von flüssigem Paraffin, das man von unten her in den Apparat eindrückt und durch Kühlung zur Erstarrung bringt, kann man auch vorgeschmolzene zylinderförmige Paraffinkörper 15 (Paraffinkernen) verwenden (vgl. Fig. 3), mit denen, wie aus Fig. 4 ersichtlich, jedes Rohr besetzt wird. Der Durchmesser dieser Kerne ist so klein zu wählen, dass sie leicht und ohne Klemmung in die Rohre passen. Nachdem alle Rohre mit diesen Paraffinkernen besetzt sind, wird die Kontaktmasse bis zur Rohroberkante eingestrichen. Bringt man darauf die Paraffinmasse durch ein Heissmedium zum Schmelzen, so sinkt

die Kontaktmasse, gegebenenfalls durch Blasen unterstützt, ab und es ergibt sich der aus Fig. 3 ersichtliche endgültige Füllungsstand.

Bei Verwendung vorgeformter Füllmassen hat man die Möglichkeit, die Kontaktfüllhöhe durch verschieden lange Paraffinfortsätze auch zonenförmig unterschiedlich zu gestalten, indem z.B. die in der Mitte des Apparates liegenden Rohrgruppen weniger gefüllt werden als die in der Nähe des Ausströmteiles liegenden Röhre.

Bei der Ausführung der katalytischen Kohlenoxydhydratierung ist als unterer Füllmedium Paraffin oder ein ähnliches hochschmelzendes Kohlenwasserstoffgemisch am vorteilhaftesten. Als synthesespezifisches Material kann es durch aufbleibende Rest keine Kontaktschädigungen oder andere Schwierigkeiten hervorrufen. Anstelle von Paraffin können aber auch andere schmelzbare Massen, wie z.B. Asphalt, Kolophonium, Paraffinwasseremulsionen, Baphthalin, leichtschmelzende Legierungen oder Salmassen Anwendung finden.

Statt mit schmelzbaren Stoffen kann man auch mit spezifisch schweren Flüssigkeiten arbeiten, welche den Kontakt nicht benetzen und ein so hohes spez. Gewicht aufweisen, dass die Kontaktmasse darauf zu schwimmen vermag. Besonders geeignet ist in dieser Hinsicht beispielsweise Quecksilber, das man in der erforderlichen Menge von unten her in den Kontaktapparat eintreten lässt. An seiner Stelle können bei spez. leichten Kontakten auch andere schwere Flüssigkeiten, wie z.B. Tetrachlorkäthän oder konzentrierte Salzlösungen Verwendung finden.

#### Patentansprüche.

1.) Verfahren zur Kontakteinfüllung in Synthesäulen bei denen der Kontakt in senkrecht stehenden vom Kühlmittel umflossenen Röhren oder ähnlich ausgebildeten Räumen ruht, **dadurch gekennzeichnet**, dass man in die senkrechten Kontaktrohre zunächst bis zu einer bestimmten Höhe ein schmelzbares Medium oder eine dem Kontakt nicht benetzbare Flüssigkeit einbringt, auf der das Kontaktmaterial zu schwimmen vermag und den Kontakt anschließend in der üblichen Weise bis zur Rohroberfläche einfüllt, worauf man durch Anschmelzen der am Boden der Kontaktrohre liegenden Massen oder durch Ableitung der in den unteren Teil des Kontakttraumes eingelassenen schweren

Flüssigkeiten die Hohlgefülle bis zum Boden des Kontaktapparates abdeckt.

2.) Ausführung des Verfahrens nach Anspruch 1, dadurch gekennzeichnet, dass vor der Kontakteinfüllung geförnte Zylinder aus leichtschmelzbaren Stoffen bis zu einer bestimmten Höhe in die Kontaktrohre oder andersartig geformten Kontakträume eingebracht werden.

3.) Ausführung des Verfahrens nach Anspruch 1 und 2, dadurch gekennzeichnet, dass als Vorfüllstoffe schwerschmelzende Kohlenwasserstoffgemische, insbesondere Paraffin verwendet werden, die man in geschmolzenem Zustande von unten her in den Kontaktapparat eintreten lässt, um sie durch ein im Kühlmedium zirkulierendes Kühlmedium vor der Kontakteinfüllung ganz oder teilweise zur Erstarrung und nach beendeter Kontakteinfüllung durch ein Heizmedium zum Schmelzen zu bringen.