

Patentanmeldung K 160 334 IVd/12o vom 1.3.1941  
(Gebrauchsmuster-Hilfsanmeldung K 51 591 Gm 12o)

Geheim!

1. Dies. Pat. / kann ein Staatsgeheimnis nach § 88 RS:GB. sein.  
2. Weitergabe nur verschlossen, bei Postbeförderung als „Einschreiben“.

Verfahren zur Durchführung unter Verantwortung des Erfinders unter gesichertem Verschluss.

TREIBSTOFFWERK G.M.B.H., ESSEN.

Verfahren und Vorrichtung zur Durchführung von Extraktionen, insbesondere der Extraktion von Kontaktofen,

Zur Regenerierung von Kontaktkörpern und zur Vorbereitung der Entleerung der Kontaktofen hat sich eine Extraktion der Kontaktkörper als erforderlich erwiesen. Diese wurde bereits in der Weise durchgeführt, daß entweder der gesamte Ofen mit Extraktionsmittel gefüllt oder das Extraktionsmittel in Dampfform von oben oder unten in den Kontaktofen geleitet wurde.

Die ersterwähnte Durchführung des Verfahrens erfordert sehr große Mengen an Extraktionsmittel, trotzdem wird jedoch eine gleichmäßige Entfernung des den Kontakt beladenden Paraffins nur selten erreicht. Außerdem tritt beim Ablassen des Lösungsmittels oft eine Strömung und ein Sog im Ofen auf, wodurch Teile des Kontaktkörpers aus dem Kontaktraum ausgeschlammmt werden. Das Extraktionsprodukt (Paraffin) ist dabei durch mitgerissene Kontaktkörperteilchen grau gefärbt, so daß eine Filtration sich zur Klärung des Paraffins und zur Wiedergewinnung der mitgerissenen Katalysatorteile als notwendig erweist.

Die zweitgenannte Durchführungsform des Verfahrens (Zuführung des Extraktionsmittels in Dampfform) weist diese Mängel nicht auf. Die Extraktion erfolgt hierbei dadurch, daß der Lösungsmitteldampf an und in dem Kontaktkörper kondensiert und das abfließende Lösungsmittel das Paraffin gleichmäßig und gründlich entfernt. Erforderlich zur Durchführung des Verfahrens ist ein gut geschnittenes Extraktionsmittel in nicht zu hoher Siedelage, welches in einer besonderen Apparatur zur Verdampfung gebracht wird. Von dem Verdampfer aus wird der Lösungsmitteldampf durch gut isolierte, weite Rohrleitungen zu den Öfen geführt.

Eine Vereinfachung der Extraktion wurde ferner bereits dadurch erzielt, daß das Extraktionsmittel in flüssiger Form

gleichmäßig verteilt auf die Kontaktofenoberfläche aufgegeben wurde. Ein besonderer Deckel mit Rohren, die zahlreiche feine Düsenbohrungen zum Aufspritzen des Lösungsmittels enthielten, wurde nach Entfernung des Kontaktofendeckels aufgeschraubt und nach der Extraktion wieder gegen diesen ausgetauscht. Dies erfordert eine zweimalige Öffnung des Ofens, die abgesehen von der dazu benötigten Arbeitszeit erhebliche Kosten verursacht, weil die vorhandene Deckeldichtung aus Asbest erneuert werden muß. Ferner ist ein zweimaliges Füllen des Kontaktofens mit Schutzgas erforderlich, ohne daß hierdurch die Gefahr der Oxydation des Kontaktes ganz vermieden wird, da selbst bei vorsichtigem Arbeiten beim Wechseln des Deckels das Schutzgas u.U. verweht wird. Dabei ist zugleich infolge des Freiliegens der ganzen Ofenfläche eine erhöhte Brandgefahr vorhanden. Dieses Verfahren hat den Nachteil, daß es sehr zeitraubend ist, außerdem ist der Arbeitszeitbedarf für das Auswechseln der Deckel größer als die Extraktionsdauer selbst.

Die Erfindung geht aus von einem Verfahren und einer Vorrichtung zur Durchführung von Extraktionen, insbesondere der Extraktion von Kontaktofen für die Benzinsynthese nach Fischer und Tropach, wobei das Extraktionsmittel durch mit Düsen versehene Rohre in dem Kontaktofen verteilt wird. Erfindungsgemäß werden die Düsenrohre während der Verteilung des Extraktionsmittels um ihre Längsachse oder um eine dazu senkrechte Achse, die vorzugsweise mit der lotrechten Ofenachse zusammenfällt, gedreht. Dadurch wird eine gleichmäßige Verteilung des Extraktionsmittels schon mit einem oder einigen wenigen Düsenrohren erreicht, so daß es möglich ist, die Extraktionen durch Einführen der Düsenrohre in am Kontaktofen vorhandene Rohrstützen ohne Abnahme des Ofendeckels durchzuführen. Dadurch wird soviel Arbeitszeit gespart, daß z.B. ein Block von 4 Öfen schon nach etwa 8 Stunden wieder angefahren werden kann, während die Extraktion unter Verwendung eines besonderen Deckels mit Düsenrohren (nach Abnahme des eigentlichen Ofendeckels) bis zum Zeitpunkt der Wiederinbetriebnahme, etwa 20 Stunden erfordert. Diese Ersparnis an Arbeitszeit ermöglicht eine bessere Ausnutzung des Kontaktofens. Als weitere Vorteile sind zu erwähnen eine beträchtliche Ersparnis an Extraktionsmittel infolge der gleichmäßigen Verteil-

lung durch die drehbaren Düsenrohre sowie an Dichtungswerkstoff (Asbest), da der Ofendeckel bei der Extraktion nicht abgehoben wird und der Dichtungswerkstoff daher nicht erneuert zu werden braucht. Das geschilderte Verfahren gestattet es ferner, das Extraktionsmittel auch in Öfen mit rechteckigem Querschnitt gleichmäßig zu verteilen.

Die Düsen werden zweckmäßig als Flachstrahldüsen ausgebildet, die einen Verdüsungswinkel von etwa  $130^{\circ}$  haben. Bei Kontaktöfen für die Benzinsynthese empfiehlt es sich, in jeden Ofen 2 Düsenrohre einzusetzen, von denen jedes die Extraktionsflüssigkeit auf eine Hälfte der Ofenbreite verteilt. Es genügt dabei, jedes Düsenrohr mit etwa 6 Düsen zu versehen.

Da der Zerstäubungskegel einer Düse stets ein Hohlkegel ist, würde bei feststehenden Düsenrohren nur eine ungleichmäßige Verteilung der Flüssigkeit stattfinden. Dieser Mangel wird behoben, wenn man die Düsenrohre um ihre Längsachse um einen Winkel von etwa  $30^{\circ}$  bis  $45^{\circ}$  zur lotrechten Ebene dreht, und zwar nach beiden Seiten. Diese Rohrbewegung kann z.B. dadurch erfolgen, daß die Rohre in bestimmten Zeitabständen von Hand gedreht werden. Vorzugsweise werden jedoch die Düsenrohre dauernd gedreht, z.B. in der Weise, daß die hin und her gehende Bewegung eines Wassermotors mittels eines Kurbelbetriebes als Drehbewegung auf die Düsenrohre übertragen wird. Die aufzuwendende Kraft ist so gering, daß ein Wassermotor ohne Schwierigkeit 8 Düsenrohre eines Blocks von 4 Kontaktöfen in oszillierende Bewegung versetzen kann. Die Anwendung des Wassermotors ist auch deshalb besonders vorteilhaft, weil die Bewegung selbst sehr langsam und gleichmäßig vonstatten geht, während die Umsteuerung in die entgegengesetzte Bewegungsrichtung schnell erfolgt, so daß die Düsen nur kurze Zeit in der Endstellung verharren. Die Düsenrohre können jedoch selbstverständlich auch mittels Preßluft oder durch Elektromotoren bewegt werden.

Der Einbau der Düsenrohre erfolgt durch einfaches Einschleiben in Stutzen von z.B. 70 bis 100 m/m lichter Weite. Die Abdichtung dieser Stutzen bereitet keinerlei Schwierigkeit, Der Verbrauch von Schutzgas wird ganz wesentlich verringert, eine Oxydation des Kontaktes und Feuergefahr sind völlig ausgeschlossen.

Der Einbau der Düsenrohre in 4 Öfen kann unter Verwendung einer einfachen Montagevorrichtung von 2 Mann innerhalb einer Stunde vorgenommen werden, das Ausbauen erfordert etwa die gleiche Zeit. Die Dichtungen der Einführungsstützen der Düsenrohre haben einen geringen Durchmesser und können wiederholt verwendet werden, was besonders von Vorteil ist gegenüber dem beim Extrahieren nach anderen Verfahren erforderlichen häufigen Wechsel der großen und schwer beschaffbaren Asbestdichtung.

Für die Düsen der Düsenrohre wählt man vorzugsweise eine lichte Weite zwischen etwa 4 und 8 mm  $\phi$ , je nach der zur Verdüsung gelangenden Flüssigkeitsmenge und dem herrschenden Flüssigkeitsdruck. Selbst bei Vorhandensein von Schmutzteilen im Extraktionsmittel ist dann eine Verstopfung der Düse unwahrscheinlich, im Gegensatz zu den sonst gebräuchlichen kleineren Düsenbohrungen. Die Vorschaltung eines Filters in die Extraktionsmittel-Sammelleitung ist zweckmäßig. Es empfiehlt sich ferner, vor jedes Düsenrohr einen Durchflußmesser zu schalten, um die einzelnen Rohre mit der gleichen Flüssigkeitsmenge beaufschlagt zu können.

Die Möglichkeit des einfachen Ein- und Ausbaues der Düsen bedingt selbst zur Durchführung häufiger Extraktionen nur wenige Düsenrohre, die vor jeder Extraktion außerhalb des Ofens auf einwandfreies Arbeiten leicht geprüft werden können, während dies bei fest in die Öfen bzw. in die Ofendeckel eingebauten Düsen nicht ohne weiteres möglich ist.

Ein weiterer besonderer Vorteil des geschilderten Extraktionsverfahrens liegt in der Möglichkeit, Extraktionsmittel zu verwenden, deren Siedelage in weiten Grenzen gehalten werden kann. Die Kontaktöfen können dann bei der gleichen Temperatur behandelt werden, die sie im Moment des Abschaltens hatten, wodurch ein Zeitverlust durch Abkühlen vermieden wird.

In der Zeichnung ist in Abb. 1 und 3 je ein Ausführungsbeispiel einer Vorrichtung zur Durchführung des erfindungsgemäßen Extraktionsverfahrens bei Kontaktöfen, in Abb. 2 eine Vorrichtung zum Drehen der Düsenrohre bei der Vorrichtung nach Abb. 1 und in Abb. 4 ein Schnitt längs der Linie IV-IV in Abb. 3 schematisch dargestellt.

Gemäß Abb. 1 ist in den Kontaktofen 1 durch den Rohrstützen 2 das Düsenrohr 3 eingeführt, das auf der dem Rohrstützen gegenüberliegenden Seite in einem Lagerblech 4 gelagert ist und an seinem Umfang die Düsen 5 trägt. Das Düsenrohr 3 ist in dem Rohrstützen 2 durch eine Stopfbüchse abgedichtet. Sein aus dem Kontaktofen heraustretendes Ende wird, wie Abb. 2 zeigt, von dem Wassermotor 6 mittels der beiden Kurbelstangen 7 und der Kurbeln 8 in oszillierende Bewegung versetzt, so daß die aus den Düsen 5 austretenden Strahlen des Extraktionsmittels gleichmäßig auf die Ofenfläche verteilt werden.

Bei der Ausführungsform nach Abb. 3 ist das Düsenrohr 10 mit den Düsen 11 an dem Rohr 12 um die lotrechte Achse IV-IV drehbar gelagert. Dabei sind die Düsen zu beiden Seiten der Drehachse des Düsenrohres so angeordnet, daß das Düsenrohr durch den Rückstoß der Düsenstrahlen gedreht wird. Infolge dieser Ausbildung wird eine besondere Vorrichtung zum Drehen des Düsenrohres entbehrlich. Letzteres wird zusammen mit dem Rohr 12 durch den Rohrstützen 13 in den Kontaktofen eingeführt. Das Extraktionsmittel wird durch das Rohr 12 zugeführt, das in dem Rohrstützen 13 abgedichtet ist.

Abb. 4 zeigt im Schnitt längs der Linie IV-IV in Abb. 3 die Ausbildung des Drehpunktes des Düsenrohres 10. An das Rohr 12, das an dieser Stelle auf der Unterseite eine Bohrung aufweist, ist ein Rohrnickel 14 angeschweißt, in den ein weiterer Nippel 15 eingeschraubt ist, der in seinem ringförmigen Mantel mehrere Schlitze 15' aufweist. Der Nippel 15 hat ferner einen Gewindeansatz 16, auf den eine mit einer ringförmigen Kugellauffläche und mit Kugeln versehene Mutter 17 aufgeschraubt ist. In das Düsenrohr 10 ist ein Laufring 18 eingeschweißt, der sich auf die Kugeln der Mutter 17 abstützt und den Rohrnickel 15 umfaßt. Die auf das Düsenrohr 10 infolge des Ausströmens des Extraktionsmittels ausgeübte Rückstoßkraft hat also nur die verhältnismäßig geringe rollende Reibung zwischen dem Laufring 18 und den ihn tragenden Kugeln sowie die ebenfalls geringe gleitende Reibung zwischen dem Laufring 18 und dem Rohrnickel 15 zu überwinden; zudem findet eine dauernde Schmierung durch das Extraktionsmittel statt.

Das geschilderte Verfahren und die dazu gehörige Vorrichtung kann außer zur Extraktion von Kontaktöfen für die Benzinsynthese z.B. auch zur Extraktion von Schwefel aus Gasreinigungsmasse, von Harzen und anderen absorbierten Stoffen aus Aktivkohle, Silikagel und ähnlichem verwendet werden.

#### Patentansprüche.

1.) Verfahren zur Durchführung von Extraktionen, insbesondere der Extraktion von Kontaktöfen für die Benzinsynthese nach Fischer und Tropsch, wobei das Extraktionsmittel durch mit Düsen versehene Rohre in dem Kontaktofen verteilt wird, dadurch gekennzeichnet, daß die Düsenrohre während der Verteilung des Extraktionsmittels um ihre Längsachse oder um eine dazu senkrechte Achse, die vorzugsweise mit der lotrechten Ofenachse zusammenfällt, gedreht werden.

2.) Vorrichtung zur Durchführung des Verfahrens nach Anspruch 1, gekennzeichnet durch ein oder mehrere Düsenrohre solchen Durchmessers, daß sie durch am Kontaktofen vorhandene Rohrstützen in den Kontaktofen einführbar sind, und eine Antriebsvorrichtung zum Drehen der Düsenrohre vorzugsweise einen Wassermotor.

3.) Vorrichtung nach Anspruch 2, dadurch gekennzeichnet, daß ein Düsenrohr um eine senkrecht zur Längsachse verlaufende Achse drehbar gelagert ist, vorzugsweise an einem mit dem Düsenrohr zusammen einführbaren nicht drehbaren Rohr, das zur Zuführung des Extraktionsmittels dient, und die Düsen zu beiden Seiten der Drehachse des Düsenrohres so angeordnet sind, daß das Düsenrohr durch den Rückstoß der Düsenstrahlen gedreht wird.

Abb. 1.

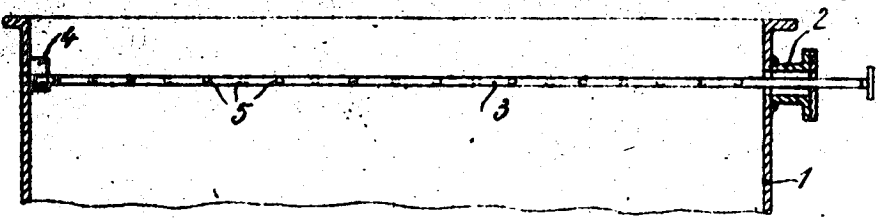


Abb. 2.

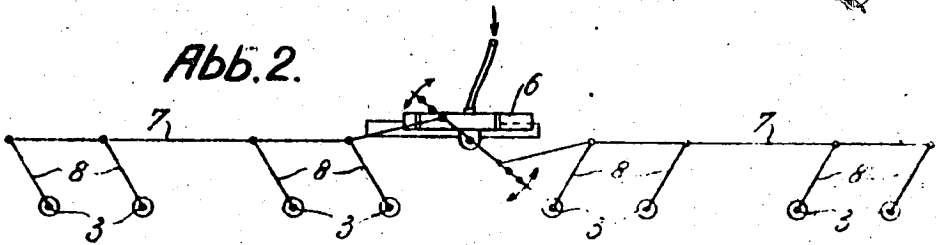


Abb. 3.

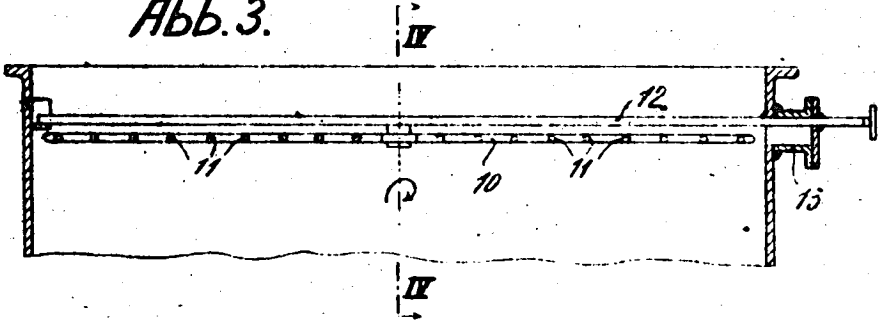


Abb. 4.

