

chen Volumteil Mova von 1 sta. fraktierende ist und somit die zur Wärmeableitung erforderliche Metallmenge entsprechend grösser sein muss. Hinzu kommt, dass die Zerfallsgeschwindigkeit von Acetylen etwa 4 mal grösser als die von Mova ist (vgl. Versuche 66-68). Versuch 41, der mit einem Acetylenbehälter von 300 l Inhalt bei 2 ata Druck ausgeführt wurde (dieser Fall liegt z.B. beim Windkessel einer Elmo-Pumpe vor), zeigt z.B., dass trotz der Eisenspäne-Füllung (und trotz der Reiss-Scheibe!) das Gefäss zertrümmert wurde. Beim Einfüllen einer grösseren Menge von Eisenspänen wird die Bremswirkung zwar besser (Vers. 42 und 43), bietet aber noch keine Sicherheit. Wesentlich günstiger waren jedoch Eisenraschig-Ringe von 20 x 20 mm (Vers. 44). Hier flog lediglich die Reisscheibe heraus. 1)

Die Versuche 41 und 43 sind noch in anderer Hinsicht interessant, da sie die Wirkung einer Reisscheibe zeigen. Obwohl diese sicher zuerst herausgeflogen ist, war sie absolut wirkungslos und konnte das Zerplatzen des ganzen Gefässes nicht verhindern. Wenn daher solche Scheiben als Gefässschutz bei rasch verlaufenden Zersetzungen dienen sollen, so ist ihre Grösse für jede gerade vorliegende Zerfallsreaktion genau experimentell zu bestimmen.

Schliesslich wurde noch versucht, das Mova durch Fremdgaszusätze zerfallsicher zu machen. Gewählt wurden NO und Propylen (Versuche 45 und 46), da in der Literatur häufig darauf hingewiesen wird, dass kleine Mengen von diesen Gasen den thermischen Zerfall von organischen Substanzen durch Abbrechen der Reaktionsketten/verhindern. Bei 5 bzw. 8,5 Vol-% konnte jedoch kein Einfluss dieser Gase auf den Mova-zerfall festgestellt werden; bei höherem Fremdgasgehalt wird zwar der Zerfall verhindert (vgl. den 1. Bericht), doch haben so hohe Zusätze keine praktische Bedeutung mehr und wurden daher nicht weiter untersucht. Gleichzeitig geht aus diesen beiden Versuchen hervor, dass es sich bei der Fortpflanzung des

1) Versuch 44 wurde bei etwas höherem Druck ausgeführt, da die Ausstemperatur nur 3° betrug. Da beim Acetylenzerfall Temperaturen auftreten, die im Mittel > 500° sind, und da für die Wärmeableitung der Temperaturunterschied zwischen den heissen Zerfallsprodukten und den Füllkörpern massgebend ist, ist die hier abgeführte Wärmemenge zwar um etwa 3% grösser als bei den Versuchen 41-43, dagegen ist wegen des höheren Druckes die pro Ltr Gasraum und pro Sekunde beim Zerfall frei gewordene Wärmemenge um 10% höher. Die Bedingungen liegen also bei Versuch 44 eher schärfer als bei den Versuchen 41-43.

Movazerfalls um einen rein thermischen Vorgang handelt und dass Kettenbildung und Kettenverzweigungen wie bei Explosionen keine Rolle zu spielen scheinen.

§ 6. Zünd- und Polymerisations-Versuche an Diva (Versuche 47-64 und 99-112).

Dass Diva ähnlich wie Mova unter Druck zum Zerfall in H_2 und Russ gebracht werden kann, wurde bereits im 2. Bericht gezeigt. Die dort in dem Druckgefäss von 6 l Inhalt ausgeführten Versuche wurden wiederholt, um einen Anhaltspunkt dafür zu kommen, wie gross die zerfallene Divamenge ist. Verwendet wurde hierzu das bei der Movadestillation anfallende und lediglich mit Wasser ausgeschüttelte und dann mit $CaCl_2$ getrocknete Diva (in der Tabelle kurz als "Diva roh" bezeichnet, es enthält zum Unterschied zu dem in § 2 genannten "Diva rein" auch Kohlenwasserstoffe mit mehr als 8 C-Atomen). Wie aus den Versuchen 59 und 60 ersichtlich, zerfällt über die Hälfte des flüssigen Diva, ferner nimmt die Menge des zerfallenen Diva mit steigender Temperatur zu. Ueber die hierbei auftretenden Drucke gibt Vers. 62 einen Anhaltspunkt: Der Druck stieg auf das 20-fache; selbst wenn die Hälfte dieser Druckzunahme den gleichzeitig als Zerfallsüberträger vorhandenen Acetylen zugeschrieben wird, so bleibt für das Diva allein immerhin eine Drucksteigerung auf 20 atü übrig, obwohl nur 1/100 des Gefässinhaltes mit flüssigem Diva angefüllt war.

Divadampf und flüssiges Diva bei gewöhnlichem Druck sind dagegen wesentlich ungefährlicher. So konnte weder rohes Diva noch durch Wasserdampfdestillation erhaltenes Diva mittels Durchschmelzzündung in der Flüssigkeit (Versuche 51, 52, 55 und 57, in den beiden letzten Fällen bei 84°) oder durch Explosion des über dem flüssigen Diva stehenden Divadampf-Luft-Gemisches (Versuche 47-49 und 53) oder durch Zerfall des über der Flüssigkeit befindlichen Divadampfes (Vers. 56 und 58) gezündet werden. Wichtig für das Arbeiten mit Diva ist das verschiedene Verhalten von reinem und rohem Diva: Bei reinem, siedendem Diva war keine Zündung im Dampfraum möglich (Vers. 54), dagegen bei Verwendung von rohem Diva (Vers. 56 und 58).

Die den Versuchen 48 und 49 zugrunde liegenden Bedingungen sind z.B. gegeben, wenn ein flüssiges Diva und Luft enthaltendes Gefäss an den Innenwandungen mit Divaperoxyd beschmutzt ist, das beim Gefrieren des Gefässes zerfällt. Wie beide Versuche zeigen,

findet eine Explosion des Dampf-Luft-Gemisches statt. Wenn hierbei eine Druckentlastung (z.B. durch Herausfliegen einer Reiss-Scheibe) erfolgen kann, ist die Gefahr, dass das flüssige Diva sich entzünden kann, nicht sehr gross; sobald das flüssige Diva aber Druck bekommt und daher z.T. mitzerfällt, besteht die Möglichkeit, dass das ganze Gefäss aufreisst und das herauslaufende Diva durch die Stichflamme entzündet wird.¹⁾

Die Versuche 63 und 64 beziehen sich auf das Explosionsunglück in der Neopren-Anlage der Deepwater Fabrik von Dupont am 23.1.1938. Nach einer Mitteilung dieser Firma wurde die Explosion wahrscheinlich dadurch eingeleitet, dass auf das Sammelgefäss für Diva versehentlich Wasserdampf von etwa 2,8 atü (130°) gesetzt wurde. Wenn gleich sich in dieser Mitteilung einige Unklarheiten befinden (z.B. stimmen Text und Figur nicht ganz überein), so war die Beantwortung der Frage, ob Diva durch Wasserdampf zersetzt werden kann, doch von grosser Bedeutung. Der Versuch 63, der dreimal mit gleichem Ergebnis wiederholt wurde, zeigt, dass bei Verwendung von wasserdampfdestilliertem peroxydfreiem Diva die Polymerisation so langsam vor sich geht, dass dadurch eine Explosion nicht hervorgerufen werden konnte. Anders verhält sich dagegen Diva, das Peroxyd enthält; Hier nahm die Polymerisationsgeschwindigkeit infolge katalytischer Wirkung des Peroxyds plötzlich stark zu und steigerte sich bis zur teilweisen Zersetzung des Diva. Das Zerknallen des Kessels bei dem Unglücksfall wäre hiernach zu verstehen.

Das bei der Movaherstellung anfallende "Rohmova" setzt sich im wesentlichen aus Mova, Diva, Methanol und Aldehyden zusammen. Beim Abdestillieren des Mova aus diesem Gemisch ergaben sich zwei Fragen:

1.) Kann bei einer zu starken Erhitzung der Destillationsblase (z.B. infolge eines Bedienungsfehlers) das Diva stürmisch polymerisieren und sich dabei unter Druckentwicklung zersetzen?

2.) Bei welchem Mischungsverhältnis Diva-Methanol wird am wenigsten Divapolymerisat gebildet?

Zur Beantwortung dieser Fragen wurden die Versuche 99-112 ausgeführt. Das bei den Versuchen 99-107 verwendete Diva war, wie in §. 2 angegeben, gereinigt worden, für die Versuche 108-112 diente

¹⁾ Bemerkt sei hierzu, dass bei ganz dicht abschliessendem Stopfen der Luftsauerstoff in dem Gefäss in kurzer Zeit vom Diva adsorbiert ist, sodass sich über dem Diva nur noch N₂ von 0,8 ata befindet. Dadurch ist die Zündgefahr wesentlich verringert.

das beim Abdestillieren des Mova zurückbleibende Gemisch von der im Versuch 108 angegebenen Zusammensetzung. Beim Zugeben des Methanols zum Diva schieden sich bei den Versuchen 102-104, 111 u. 112 geringe Mengen von Polymerisat aus, die jedoch absichtlich nicht abfiltriert wurden; offenbar handelt es sich hierbei um niedermolekulare Produkte, die bei den höheren Divakonzentrationen der übrigen Versuche noch löslich waren. Die Lösungen wurden 45 bzw. 120 bzw. 215 Stunden lang ohne Unterbrechung in Glasgefäßen mit Rückflusskühlern (Schliffgefäße!) bei Abwesenheit von Luft und unter dem Druck eines N_2 -Gasometers zum Sieden ($60-63^\circ$) erhitzt. Nach Beendigung der Versuche wurden Methanol, Aldehyd und nichtpolymerisiertes Diva durch Wasserdampfdestillation entfernt und das zurückbleibende Polymerisat gewogen.

Die Versuche ergaben:

- 1) In keinem Falle trat eine Temperaturerhöhung infolge Polymerisation auf.
- 2) Der in der letzten Spalte der Versuchstabelle angegebene Prozentgehalt an gebildetem Polymerisat (bezogen auf die ursprünglich eingefüllte Divamenge) ist bei Verwendung von wasserdampfdestilliertem Diva nach 45 Std. Kochzeit fast ebenso hoch wie nach 120 Stunden, der Polymerisationsvorgang ist hier also nach 45 Stunden bereits praktisch beendet. Selbst bei Verwendung des Destillationsrückstandes, der von vornherein bereits Polymerisat enthält, und bei 215 Stunden Kochzeit ist der Gehalt an Polymerisat bei den Versuchen 110 - 112 nur um 10 % höher als bei den Versuchen 101-104 und 107.
- 3) Das Mischungsverhältnis hat bei 60 und weniger Prozentgehalt an ursprünglichem Diva einen sehr geringen Einfluss auf den Prozentgehalt an Polymerisat; er ist z.B. bei 60% Diva + 40% Methanol kaum grösser als bei 30% Diva + 70% Methanol¹⁾. Es ist somit

¹⁾ Dieses Ergebnis ist sehr überraschend. Betrachtet man z.B. Vers. 107. Nach 45-stündiger Kochzeit waren in der Lösung neben 160 g Methanol noch 240-51 = 189 g Diva gelöst, die Lösung enthielt dann also 54% Diva und 46% Methanol. Diese Lösung hätte bei Verlängerung der Kochzeit auf 120 Std. nach Vers. 102 weitere 21,5 % des gelösten Diva, also 41 g, als Polymerisat ausscheiden müssen. Gelunden wurden aber bei Vers. 101, der die gleiche Konzentration wie Vers. 107 hat, nur 50 g Polymerisat statt 51,41-92 g. Dieser Befund ist wahrscheinlich auf die verschiedenartige Polymerisationsfähigkeit des eigentlichen Divinylacetylen und des Butadienylacetylen, die beide im verwendeten "Divan" enthalten sind (s. S. 2), zurückzuführen. Daneben dürften Lösungsträger und Anwesenheit von Sauerstoff, der allmählich aufgebraucht wird, eine Rolle spielen. Eine Aufklärung dieser Ergebnisse würde über den Rahmen des vorliegenden Berichtes hinausgehen. Wegen ihrer grundsätzlichen Bedeutung aber werden die Versuche fortgesetzt.

gleichgültig, ob zu 12 kg Diva 8 kg oder 28 kg Methanol gegeben werden, in beiden Fällen scheiden sich etwa 2,4 kg Divapolymerisat ab.

4) Bei mehr als 60% ursprünglichem Divagehalt dagegen nimmt die Polymerisationsneigung mit wachsender Divakonzentration zu, und zwar stärker bei Verwendung des Destillationsrückstandes (Vers. 108 und 109) als bei Verwendung von wasserdampfdestilliertem Diva (Vers. 99, 100, 105 und 106).

§ 7. Sonstige Zündversuche. (Versuche 65 - 98).

1) Zerfallsgeschwindigkeit von Acetylen und Mova.

Der Zerfall von reinem Mova verläuft wesentlich langsamer als etwa die Explosion eines Mova-Luftgemisches, sodass man ihn bequem und gefahrlos z.B. in einer Glasglocke vorführen kann. Um einen Anhaltspunkt über die Grössenordnung der Zerfallsgeschwindigkeit zu bekommen, wurden die Zerfallszeiten speziell für ein Gefäss von 20 cm \varnothing und 20 cm lichter Höhe (Zündung etwa 3 cm unter dem Deckel) bestimmt. Die Versuche 66 - 68 zeigen, dass unter gleichen Bedingungen Acetylen etwa viermal schneller zerfällt als Mova; die Absolutwerte der Zerfallsgeschwindigkeit sind etwa 100 bis 400 mal kleiner als bei einer brisanten Explosion (vgl. Versuch 69). Die Zerfallszeiten werden bei Erhöhung von Druck und Temperatur und bei Vergrösserung des Gefässdurchmessers kürzer.

2) Zündung von Mova in Gegenwart von Adsorptionskohle.

Die Versuche 70 und 71 wurden ausgeführt, da bei der Adsorption von Mova an Adsorptionskohle oft starke Temperatursteigerungen auftreten, sodass die Gefahr einer Zündung des adsorbierten Mova gegeben sein kann. Nach den Versuchen kann jedoch innerhalb der Kohle kein Zerfall hervorgerufen werden, bzw. ein im Gasraum über der Kohle stattfindender Zerfall wird an der Kohle unterbrochen.

3) Verhalten von Mova, das brennend aus einem Gefäss ausströmt.

Die Versuche 72 und 73 sollten die Frage beantworten, was passiert, wenn Mova brennend aus einem Gefäss ausströmt. Die an einem Gasometer angestellten Versuche zeigen: Solange das Mova mit genügend grosser Geschwindigkeit ausströmen kann, brennt es lediglich ab, sobald aber die Gasometerglocke hängen bleibt, setzt neben dem Verbrennungsvorgang auch ein Zerfall des Mova ein, der sich ins Innere des Gasometers fortpflanzt und so die ganze Mova-

füllung zum Zerfall bringt.

Die gleiche Explosionsgefahr infolge der Ausbreitung des Mova-zerfalls ins Innere besteht bei jedem anderen Gefäss, wenn das darin vorhandene Mova durch ein Loch ausströmt und sich ausserhalb des Gefässes irgendwie entzündet. Ueber Massnahmen hiergegen siehe § 9 und 10.

4) Untere Zündtemperatur von Mova.

In dem eingangs genannten Bericht von Eggert-Fuchs wurde bereits versucht, die untere Zündtemperatur von Mova zu bestimmen. Dazu dienten elektrisch durchgeschmolzene Metalldrähte mit verschiedenem Schmelzpunkt. Al-Draht (Schmp. 658°C) zündete nicht mehr. Da sich jedoch bei Wiederholung der Zündung mit Al-Draht (vgl. Versuch 65) zeigte, dass diese Zündart zu unsicher ist, als dass genaue Angaben gemacht werden könnten, wurde die untere Zündtemperatur mit einem elektrisch geheizten Pt-Draht, dessen Temperatur allmählich bis zur Zündung gesteigert wurde, bestimmt (Vers. 74-77). Wenn hierbei im ruhenden Gas gearbeitet und die Temperatur nur langsam erhöht wird, besteht die Gefahr, dass sich infolge der kurz unterhalb der Zündtemperatur einsetzenden Polymerisation des Mova am Pt-Draht Polymerisate absetzen, die den Wärmeübergang vermindern. Dadurch werden, je nach der Versuchsdauer verschiedene Temperaturwerte erhalten (710 und 730° in Versuch 74 und 75). Wenn dagegen im strömenden Mova gearbeitet wird, werden die gebildeten Polymerisate weggeführt; es ergab sich so der Wert 705° (Vers. 76), der somit als die tatsächliche untere Zündtemperatur von Mova angesehen werden kann.

Ueber das Verhalten von Acetylen bei 1 ata und 830° bzw. 1,9 ata und 730° vgl. Vers. 78 und 79.

5) Untere Zündtemperatur von Mova-Luft-Gemischen.

Die Versuche 80 - 86 hatten den Zweck, festzustellen, ob an heissen Leitungen (z.B. Hochdruckdampfleitungen) oder geheizten Gefässen ein Mova-Luft-Gemisch gezündet werden kann. Die Zündung wurde bei den Versuchen 80-82 zunächst auf elektrischem Wege mit einem Draht aus reinem Zinn (Schmp. 231°) vorgenommen. In jedem Falle trat Explosion ein. Wurde dagegen (Vers. 84) Zinn, das etwas über seinem Schmelzpunkt erhitzt war, in das mit dem Mova-Luft-Gemisch gefüllte Gefäss gegossen, so erfolgte keine Explosion, sondern lediglich eine Nebelbildung. Das gleiche Ergebnis wurde beim Eingliessen von flüssigem Blei (Vers. 85 und 86) erhalten. Wurde schliesslich ein Acetylen-Luft-Gemisch (Vers. 83) durch elektri-

sches Durchschmelzen eines Sn-Drahtes gezündet, so erfolgte ebenfalls Explosion, während nach Literaturangaben die untere Zündtemperatur von Acetylen-Luft-Gemischen weit höher liegt. Es zeigt sich also hier die gleiche Unsicherheit wie bei der Messung der unteren Zündtemperatur von Mova allein; daher wurde ein Mova-Luft-Gemisch (5 % Mova) noch mit der im vorhergehenden Abschnitt beschriebenen Methode (Pt-Draht, dessen Temperatur allmählich erhöht wurde) gezündet. Explosion erfolgte bei 435° (Vers. 87). Ein auf gleiche Weise gezündetes Acetylen-Luft-Gemisch mit 5 % Acetylen explodierte bei 580° . Beide Zündtemperaturen liegen also bedeutend höher als die Schmelzpunkte von Sn und Pb.

Hiernach erklären sich die Widersprüche der in Vers. 80-88 erhaltenen Ergebnisse: bei der elektrischen Durchschmelzzündung ist die tatsächliche Zündtemperatur wegen des beim Durchschmelzen des Drahtes auftretenden elektrischen Funkens, dessen Intensität von der Zünd-Spannung und -Stromstärke abhängt, wesentlich höher als die Schmelztemperatur des betreffenden Metalles. Diese auch sonst häufig angewandte Durchschmelz-Zündmethode ist daher in Fällen, in denen es sich um genaue Temperaturangaben handelt, unbrauchbar.

Zu den oben gefundenen Zündtemperaturen von Mova-Luft- bzw. Acetylen-Luft-Gemischen ist noch folgendes zu bemerken: In der Literatur wird häufig die Temperatur als untere Zündtemperatur angegeben, bei der für ein bestimmtes Mischungsverhältnis bereits eine langsame Verbrennung einsetzt; in den Versuchen 87 und 88 jedoch wurde die Temperatur des Pt-Drahtes bis zur Explosion, bei der beidemal die Glasgefäße vollkommen zertrümmert wurden, gesteigert. Oder es wird von allen im angegebenen Konzentrationsbereich erhaltenen Zündtemperaturen der höchste überhaupt gefundene Temperaturwert als die untere Zündtemperatur bezeichnet, während hier nur bei einer Konzentration gezündet wurde. Schliesslich spielen die Versuchsbedingungen (Strömungsgeschwindigkeit, Anwesenheit von katalytisch wirkenden Stoffen, die die Zündtemperatur stark erniedrigen können, Wellen der Gefäße u. a.) bei solchen Bestimmungen eine wesentliche Rolle. Ein Vergleich mit Literaturangaben ist daher nicht ohne

weiteres möglich¹⁾. Dagegen sind beide Zündtemperaturen unter sich vergleichbar, da sie mit der gleichen Versuchsanordnung ausgeführt wurden. Die Versuche führen also zu dem wichtigen Ergebnis, dass ein Nova-Luft-Gemisch bei einer um etwa 150° tieferen Temperatur gezündet werden kann als ein Acetylen-Luft-Gemisch vom gleichen Mischungsverhältnis.

6) Glaswolle als Explosionsschutz.

Bei den Versuchen 89-93 wurde die explosionshemmende Wirkung von 2 Glaswollsorten auf Acetylen-Luft-Gemische untersucht. Beide Sorten sind bei genügender Schichtdicke brauchbar. Vor dem Einbau solcher Schutzfilter sind noch entsprechende eingehendere Versuche, die dem jeweiligen Verwendungszweck und den Gefäßabmessungen angepasst sind, auszuführen.

7) Zündversuch mit »Rührkesselansatz«.

An der Innenfläche des Rührkesseldeckels der Novaapparatur setzt sich ein Gemisch aus Kupferacetylen, Cupren, Polymerisat und ausgefallenen Kupfer-Salzen und -Komplexen fest. Mit diesem Ansatz sollten Zündversuche an Nova und Acetylen angestellt werden. Vers. 94 zeigt jedoch, dass der Ansatz allein in keiner Weise, nicht einmal in Luft, zum Zerfall zu bringen war. Offenbar ist der Kupferacetylenanteil in diesem Gemisch für die Zündung zu gering.

8) Reissdruck von Tantalscheiben.

Für die Blase der Novadestillation werden korrosionsbeständige Reiss-Scheiben gebraucht. Da Edelmetallscheiben zu teuer sind und Edstahlscheiben in der gewünschten Stärke (Dicke etwa 0,1 mm und weniger) nicht hergestellt werden können, wurde die Brauchbarkeit von Tantalscheiben hinsichtlich ihrer Festigkeitseigenschaften ausprobiert. Die Scheiben wurden von Siemens & Halske bezogen und kosten pro Stück RM 1,15. Zahlenwerte über die Reissdrucke siehe Vers. 95 - 98.

1) Rimarski u. Korschak (Acetylen, 31, 24, 1928) geben z.B. an, dass in einem Gemisch aus 10 % Acetylen und 90 % Luft, das durch ein von aussen geheiztes Strahlrohr strömt, bei 650° nur eine langsame Verbrennung stattfindet. Bei 90 % Acetylen und 70 % Luft findet bereits bei 385° eine Explosion statt.

§ 8. Gefahrenquellen und Sicherheitsmassnahmen bei der Movaherstellung.

Aus den Versuchen werden folgende Schlüsse gezogen:

- 1) Eine Zündgefahr durch elektrostatische Aufladung besteht bei Abwesenheit von Luft weder für Mova noch für das Mischgas (95 % Acetylen, 5 % Mova). Trotzdem dürfte es zweckmässig sein, die bisherige Erdung der gesamten Apparatur beizubehalten.
- 2) Mechanisch erzeugte Funken zünden Mova und Mischgas nicht.
- 3) Mova kann durch grössere Mengen von Peroxyden der Divapolymerisate zum Zerfall gebracht werden.
- 4) Weit gefährlicher ist das Kupferacetylen. Da man nie weiss, wann eine zur Zündung der Gase ausreichende Menge Kupferacetylen vorhanden ist, sollen die Verhältnisse für die einzelnen Apparaturteile jeweils für den Fall des Vorliegens ungünstiger Bedingungen besprochen werden.

a) Rührkessel. Hier ist das sich in erheblicher Menge am Deckel ansetzende Kupferacetylen stets mit gefahrlosen Bestandteilen (Cupren, Cu-Salzen u.a.) so stark verunreinigt, dass noch nie eine Verpuffung des getrockneten Ansatzes beobachtet werden konnte. Hierzu kommt noch, dass das Kupferacetylen während des Betriebes der Apparatur von der Kontaktflüssigkeit umspült und somit erst recht gefahrlos gemacht wird. Die Zündgefahr ist in diesem Apparaturteil also sehr gering.

b) Abgangsleitungen. Hier ist das Kupferacetylen in geringerer Masse mit ungefährlichen Bestandteilen verunreinigt, sodass schon wiederholt beim Reinigen der Leitungen Verpuffungen auftraten. Wenngleich bisher während des Betriebes noch keine Verpuffungen beobachtet werden konnten, ist doch immer mit der Möglichkeit zu rechnen, dass das Kupferacetylen an den ebenfalls geheizten Leitungen antrocknet und explodiert. Da das Volumen der Leitungen relativ klein zu der bisher beobachteten Kupferacetylenmenge ist, kann hierbei das Gasgemisch gezündet werden. Diese Gefahr kann nur dadurch gemildert werden, dass die Leitungen häufig gereinigt werden.

Eine unmittelbare Zündgefahr für das Kupferacetylen in den Abgangsleitungen ist gegeben, wenn die Apparatur nach vorübergehender Stilllegung wieder in Betrieb gesetzt wird. Vor dem Abstellen der Apparatur wird nämlich das im Kontakt gelöste Acetylen mit N_2 bei 80° ausgetrieben. Dabei kann aber auch das am Kupferacetylen adsorbierte Acetylen entfernt werden, zumal die Abgangsleitungen ebenso hoch erhitzt sind. Anschliessend bleibt die Apparatur unter

N_2 stehen. Beim Wiederanstellen wird die Apparatur zunächst angeheizt und hierauf das N_2 durch Acetylen verdrängt. Es liegen also die den Versuchen 12-15 zugrunde gelegten Bedingungen vor, sodass mit einer Explosion des Kupferacetylen gerade beim Einleiten des Acetylen zu rechnen ist. Es dürfte daher zweckmässig sein, beim Wiederanstellen der Apparatur zunächst etwa 1 Stunde lang mit einem Gemisch aus N_2 und Acetylen zu fahren und die Konzentration des Acetylen nur allmählich zu erhöhen, damit sich das Kupferacetylen nicht durch plötzlich einsetzende Acetylenadsorption bis zur Zersetzungstemperatur erhitzen kann.

Aber trotz dieser verschiedenen möglichen Sicherheitsmassnahmen ist die Anwesenheit von Kupferacetylen in grösseren Anlagen untragbar. Hinzu kommt, dass dort eine so häufige Reinigung weit schwerer durchzuführen ist. Es wurden daher von anderer Seite Versuche in Angriff genommen, um die Bildung von Kupferacetylen ganz zu vermeiden ¹⁾.

c) Noch gefährlicher ist das Kupferacetylen, wenn es als Flugstaub bis zum Tiefkühler mitgerissen und beim Ablassen des flüssigen Rohmova in die Destillationsblase gespült wird, wo es sich dann anreichern kann. Bisher wurde ein rotbrauner dünner Beschlag, der allerdings durch Schlagen nicht zur Explosion gebracht werden konnte, nur in Spuren an den Wandungen des Tiefkühlers beobachtet, jedoch nicht im Rohmova. Da flüssiges Mova schwerer als gasförmiges zu zünden ist, sind diese geringen eventuell auftretenden Kupferacetylenmengen in den z.Zt. laufenden Movaanlagen unschädlich. Sollten in einer grösseren Movaanlage jedoch grössere Mengen Kupferacetylen im Tiefkühler auftreten, so wäre zur Vermeidung einer Anreicherung des Kupferacetylen in Tiefkühler die Gefässe so anzubauen, dass das Kupferacetylen mit dem Rohmova rastlos abfliessen kann. Um weiter eine Anreicherung des Kupferacetylen in der Destillationsblase zu verhindern, müsste das Rohmova durch ein mit Methanol feucht zu haltendes Filter, das öfter ausgewechselt werden muss, laufen.

1) Die Ursache der Kupferacetylenabscheidung wurde von Dr. Jockusch aufgeklärt (Kondensation von Wasser), der sie durch Änderungen an der Apparatur weitgehend verringern konnte. Dr. van Zütphen zeigte an einer Laboratoriumsapparatur, dass eine völlige Vermeidung prinzipiell möglich ist (Bericht vom 28.4.38). Weitere Versuche mit einer allseitig geschützten Kolonne in Technikumsmasch sind im Gange.

5) Auch ausserhalb der Apparatur bildet das Kupferacetylen eine Gefahrenquelle, z.B. beim Auseinandernehmen und Reinigen der Apparatur:

a) Es kann sich hierbei ein explosives Acetylen-Luft-Gemisch bilden, das durch trockenes Kupferacetylen zur Zündung gebracht werden kann; deshalb ist, wie bisher, die ganze Apparatur vor dem Öffnen mit N_2 gründlich acetylenfrei zu machen.

b) Es kann das bei Abwesenheit von Acetylen getrocknete Kupferacetylen bereits bei gewöhnlicher Temperatur explodieren, sobald es mit Acetylen in Berührung kommt. Es besteht somit die Gefahr, dass sich an undichten Stellen ausströmendes Acetylen an abgenommenen Apparaturteilen, die mit Kupferacetylen beschmutzt sind, entzündet und so einen Brand verursacht. Deshalb sollen solche noch ungerinigten Teile nur im nassen Zustand in der Nähe von Leitungen und Gefässen, die Acetylen enthalten, liegen.

6) Das in Adsorptionskohle adsorbierte Nova wird auch beim Zerfall des über der Kohle befindlichen Novagasraumes nicht gezündet.

7) Für die Novavorbereitung in der Kolonne wird ein Acetylendruck von etwa 1 atü gebraucht; der gleiche Druck herrscht somit im Windkessel der Elmopumpe. Der Windkessel ist mit eisernen Raschigningen von 20 x 20 mm vollkommen auszufüllen und mit einer Reisscheibe zu versehen. An den Windkessel ist ferner eine N_2 -Leitung anzuschliessen, damit im Falle des Herausfliegens der Scheibe das Einströmen der Luft in den Windkessel durch Öffnen der N_2 -Leitung vermieden werden kann.

8) In der Blase der Novadestillation sollen sich stets etwa 30 Gewichtsteile Methanol auf 60 Gewichtsteile Diva (einschliesslich der höheren Kohlenwasserstoffe) befinden. Dieses Verhältnis darf nicht unterschritten werden, da sich am Siedepunkt der Lösung ein grösserer Teil des Methanols als des Divas als Dampf oder kondensierte Flüssigkeit in der Kolonne befindet, sodass die Methanolkonzentration in der Blase am Siedepunkt etwas geringer ist. Die Verwendung von mehr Methanol andererseits hat auf die Polymerisation keinen Einfluss, hat aber den Nachteil, dass sich die Polymerisate stärker aus der Lösung ausscheiden, da die Löslichkeit der Polymerisate mit steigendem Methanolgehalt abnimmt.

9) Zur Vermeidung der Peroxydbildung an den mit Diva in Berührung kommenden Hähnen ist zu fordern:

a) Das Schmiermittel¹⁾ für die Hähne ist zu erneuern, sobald sich merkliche Mengen Diva zwischen dem Kücken und Gehäuse nach aussen durchgedrückt haben.

b) Der ganze Hahn ist mit einem Kasten zu umgeben, der zwecks Zerstörung eventuell entstandener Peroxyde wässrige verdünnte Natronlauge enthält (vgl. Abb. 5).

c) Am Hahn ist eine Vorrichtung (etwa wie in Abb. 6 angegeben) anzubringen, damit das Abflussrohr nach jeder Benutzung mit Methanol ausgespült werden kann. Da sich hierbei methanolunlösliche Polymerisate an den Wandungen abscheiden können, ist anschliessend in das Abflussrohr Natronlauge zu füllen, die darin bis zur nächsten Verwendung des Hahns stehen bleibt.

10) Die Mova-Destillationsanlage ist aus den in § 9, Abschnitt 3) genannten Gründen fest mit einer N₂-Leitung zu verbinden.

§ 9. Sicherheitsmassnahmen bei der Mova- und Diva-Verarbeitung.

1) Für den Laboratoriumsbetrieb ist grundsätzlich zu fordern, dass zwischen der Mova verarbeitenden Apparatur und dem Vorratsbehälter für Mova ein Sicherheitssieb z.B. aus Metall oder Sand eingebaut ist. Für den technischen Betrieb ist diese Massnahme unzureichend; deshalb wird, ausgehend von der Tatsache, dass ein Mova-Brand wesentlich ungefährlicher als eine Explosion eines mit Mova gefüllten Gefässes ist, folgende automatisch wirkende Anordnung vorgeschlagen:

Wie in Abbildung 7 dargestellt ist, wird für den Fall der gasförmigen Movastapelung zwischen Movagasometer (in der Abb. mit 1 bezeichnet) und die Mova verarbeitende Apparatur bzw. zwischen dem Movagasometer und die Movadestillation je ein kleiner Gasometer (2) von etwa 100 Ltr. Inhalt geschaltet. Da es praktisch unmöglich

¹⁾ Ein für diese Hähne zu verwendendes Schmiermittel sollte unlöslich in Wasser, Methanol und Diva sein und von verdünnter Natronlauge nicht angegriffen werden. Da die Möglichkeit bestand, dass es am ehesten unter den hochpolymeren Verbindungen viskose Stoffe mit diesen Löslichkeitseigenschaften gibt, wurde eine Reihe solcher Hochpolymeren daraufhin untersucht, jedoch bis jetzt nur mit negativem Ergebnis.

Ist, die Gasometer 1 und 2 so zu bauen, dass bei schwimmenden Gasometerglocken in allen 3 Gasometern die gleichen Drücke herrschen, müssen die Gasometerglocken von 2 spezifisch etwas schwerer als die von 1 sein und unten aufessen. Ferner sind noch 4 Sicherheitssiebe eingebaut, von denen die Siebe 6 allein etwa den gleichen Strömungswiderstand besitzen sollen, wie die Siebe 3 und die anschliessenden zur Apparatur bzw. Novadestillation führenden Rohrleitungen zusammen.

Die Wirkung dieser Anordnung ist folgende: Setzt z.B. in der Apparatur ein Novaserfall ein, so strömt zunächst das Nova wegen des in der Apparatur entstehenden Drucks mit grosser Geschwindigkeit über den einen Gasometer 2 nach Gasometer 1. Wegen des Strömungswiderstandes der eingebauten Sicherheitssiebe ist das Druckgefälle von der Apparatur nach Gasometer 1 besonders vor und hinter jedem Sieb sehr gross, und zwar muss der Strömungswiderstand des Siebes 6 und somit der hierdurch entstehende Druckunterschied zwischen beiden Gasometern so gross sein, dass die Glocke von 2 leicht herausfliegen kann. Dadurch wird die Verbindung von der Apparatur zum Gasometer 1 vollständig unterbrochen und eine Fortpflanzung des Novaserfalls nach dem Gasometer 1 ist unmöglich¹⁾.

Das Nova brennt dann lediglich aus dem kleinen Gasometer heraus ab, was bei entsprechender Aufstellung dieses Gasometers ohne Gefahr geschehen kann.

Neben der Erhöhung des Strömungswiderstands haben die Siebe 3 und 6 noch den Zweck, einen eventuell von der Apparatur her bereits durch die Rohrleitungen bis zu den Sieben vorgedrungenen Novaserfall noch so lange aufzuhalten, bis die Gasometerglocke von 2 herausgeflogen ist.

Analog liegen die Verhältnisse, wenn der Novaserfall im Gasometer 1 einsetzt. Wird schliesslich das Nova nicht gasförmig sondern flüssig gestapelt (vgl. § 10), so kann diese Anordnung ebenfalls nach entsprechender Aenderung verwendet werden.

Eine experimentelle Prüfung dieses Vorschlages ist z.Zt. infolge der zu geringen Temperatur in Kesseln nicht möglich.

¹⁾ Diese automatisch wirkende vollständige Unterbrechung der Leitungen ist der Kernpunkt dieser Anordnung. Eine etwaige Anbringung einer Reihe Scheibe nach Art des Scheibensicherheitsventils und ist daher unbrauchbar.

- c) Nach dem Anstrich des Bauteils ist die Oberfläche sofort zu vernichten.
- d) Nach dem Anstrich ist die Oberfläche sofort zu vernichten.
- e) Nach dem Anstrich ist die Oberfläche sofort zu vernichten.

§ 10. Stapelung von Nova und Ilixa.

a) Gasförmige Nova.

Die Frage, ob Nova gasförmig oder flüchtig verbrennbar sein soll, konnte bisher nicht eindeutig beantwortet werden. Der Nachteil bei der Verwendung von Nova besteht darin, dass in Folge der Zündung eine sehr hohe Temperatur und dass während der Zündung eine sehr hohe Temperatur und dass während der Zündung eine sehr hohe Temperatur...

Jedes Gefäß mit ein bis zwei Liter Inhalt...
Vergessen der möglichen Gefahr...
nem anderen in Verbindung...
eventuellen Notmaßnahmen...
machen.

Aus diesen verschiedenen...
habung des flüssigen...
des geschmolzenen...
nungsfähig und die Gefahr...
dung beim flüssigen...
rigen Mova die gefährlichere...
genüber, doch ist bei...
maßnahmen die Zündgefahr...
geschmolzenen Mova der...
zu sehen ist.

Grundsätzlich ist...
Mengen für ein...
werden muss.

2) Dize.

Auch für Dize gilt die...
nicht in größeren...
wegen der Gefahr...
auch kleinere...
dürfen, ist diese...
man sie...
werden.

In einzelnen ist...
sollen möglichst...
flüssig, dass sich...
des Gefäßes...
nur an der...
nicht über...
ist, was...
nicht ganz...
einem...
von...
Kontakte.

Die...
beim...
über...
Dizale...
nicht...
einem...
von...
Kontakte.

Die...
beim...
über...
Dizale...
nicht...
einem...
von...
Kontakte.

Zur Unfalluntersuchung

Mova besitzt die Eigenschaft, bei entsprechender Zündung in gasförmigen und flüssigen Zustand bei gewöhnlicher Temperatur und bei gewöhnlichem Druck unter starker Wärme- und Druckentwicklung in Russ und H_2 zerfallen zu können. Dieser Zerfall kann z.B. durch das bei der Mova-Herstellung in der Technikapparatur die jetzt noch nicht zu vermeintliche Kupferacetylen hervorgerufen werden. Ferner sind Mova-Luft-Gemische leichter zu zünden als etwa Acetylen-Luft-Gemische. Hierzu kommt, dass als Nebenprodukt bei der Mova-Herstellung stets Diva entsteht, das leicht brennbar ist, ähnliche Zerfalleigenschaften wie Mova besitzt, zu oft stürmisch einsetzender und mit Zersetzung verbundener Polymerisation neigt und schliesslich explosive Peroxyde, die auch Mova zünden können, bildet. Aus diesen Gründen ist Mova gefährlicher als andere brennbare Gase und Diva gefährlicher als andere brennbare Flüssigkeiten. Bei einer Vergrößerung der bisherigen Mova-Anlage sind daher für die Herstellung, Verarbeitung und Stapelung von Mova und von Diva auf Grund der an Acetylen, Mova und Diva angestellten Zündversuche aus Sicherheitsgründen folgende Massnahmen, die z.T. bereits jetzt schon getroffen sind, zu fordern:

1) Bei der Mova-Herstellung

a) Erdung der gesamten Apparatur.

b) Kupferacetylen muss in Gefässen, die Mova oder ein zündbares Mova-Gemisch enthalten, vermieden werden. Es sind Versuche in Gang, um die Bildung von Kupferacetylen überhaupt zu verhindern (s. § 5, Abschnitt 4).

c) Es ist darauf zu achten, dass Kupferacetylen auch ausserhalb der Apparatur gefährlich ist, da es sich an Acetylen, das etwa an einer undichten Stelle austritt, entzünden kann. Deshalb dürfen mit Kupferacetylen verunreinigte Leitungen und Gefässe nur im gassen Zustand in der Nähe von acetylenhaltigen Gefässen gereinigt werden.

d) Peroxyde von Diverpolymerisaten müssen in Gefässen, die Mova oder ein zündbares Mova-Gemisch enthalten, vermieden werden. Solche Peroxyde werden durch Behandeln mit warmer Natronlauge zerstört.

e) Der Zündkessel der Zündpille muss mit eisernen Rasierklingen gefüllt werden. Die Zündpille muss immer dann die Apparatur einer Prüfung unterworfen werden, wenn die Apparatur

1) In der Phase der Novadestillation müssen stets etwa 30 Gewichtsprozent Nitrobenzol zur 60 Gewichtsprozentigen DVA (einschließlich der höheren Kohlenwasserstoffe) enthalten sein.

2) Die Novadestillation ist fest mit einer N₂-Leitung zu verbinden.

3) An den Röhren ist die Peroxybildung möglichst zu vermeiden bzw. bereits gebildetes Peroxyd sofort zu entfernen.

4) Zwischen die Novadestillation und den Vorratsbehälter für Nova ist die in § 7 Abschnitt 1 beschriebene Sicherheitsvorrichtung anzubringen.

5) Bei der Einstellung aller dieser Vorsichtsmaßnahmen darf eine andere Novaapparatur aus folgenden Gründen nicht in der Nähe von anderen Gebäuden oder von Behältern mit brennbarem Material stehen:

a) Nova und DVA sind wegen ihrer genannten Eigenschaften gefährlicher als andere brennbare Gase und Flüssigkeiten und Gefährdungen können in erhöhtem Maße die Umgebung;

b) in Brand oder eine Explosion in der Nähe der Novaanlage gerät, ist diese stärker als einen z.B. mit Acetylen arbeitenden Brenner, indem entweder ein den Flammen ausgesetztes Leitungsstück sich entzünden kann, dass ein Zerfall des Rohrs zur Nova so stark erhitzt werden kann, dass ein Zerfall der Nova, der auch über die ganze Novaanlage ausbreiten kann, verursacht wird, oder indem durch ein Sprengstück in den Vorratsbehälter für Nova ein Loch gerissen und das darin enthaltene Nova zum Zerfall gebracht wird.

2) Bei der Nova- und DVA-Verarbeitung.

a) Zwischen der Nova verarbeitenden Apparatur und dem Vorratsbehälter für Nova sind stets Sicherheitsvorkehrungen einzubauen; diese Vorkehrungen sind die in § 9, Abschnitt 1 beschriebene Vorrichtung zu ergänzen.

b) Bei der Verarbeitung von Nova bei höheren Drücken oder höheren Temperaturen sind besondere Sicherheitsmaßnahmen zu treffen.

c) Bei der Verarbeitung von Nova oder DVA in Druckgefäßen sind die in § 9, Abschnitt 1 beschriebenen Sicherheitsmaßnahmen zu ergreifen.

d) Bei der Verarbeitung von Nova oder DVA in Druckgefäßen sind die in § 9, Abschnitt 1 beschriebenen Sicherheitsmaßnahmen zu ergreifen.

- 1) Bei der Nova...
- a) Nova soll...
- b) Die Sta...
- c) Bei Rohnova...
- d) Flüssige...
- e) Der Nova...
- f) Die Glocke...
- g) Die Vorräte...
- h) Rohdive...
- i) Wasserdampfdestillat...
- j) Die Dive...
- k) Größere...

Trudy

Vers 1. Gasformiges Substanz mit 20 mg Kupfer-
sulfat in 100 mg Wasser gelöst. Zerfall des

Vers 2. Gasformiges Substanz mit 30 mg Kupfer-
sulfat in 100 mg Wasser gelöst. Zerfall des

Vers 3. Gasformiges Substanz mit 45 mg Kupfer-
sulfat in 100 mg Wasser gelöst. Zerfall des

Vers 4. 50 mg Substanz in 100 mg Wasser gelöst. Zerfall des
2 g Kupferoxyd in 100 mg Wasser gelöst. In keinem Fall Zer-
fall des Kupferoxyd. Obwohl die Kupferoxydmenge
über 1 g durch Wasser gelöst werden kann so stark
Wasserstoffgas wird bei der Auflösung des Kupfer-
oxyd in Wasser.

Vers 5. 50 mg Substanz in 100 mg Wasser gelöst. Zerfall des
Zinnchlorid in 100 mg Wasser gelöst. Zerfall des

Vers 6. 50 mg Substanz in 100 mg Wasser gelöst. Zerfall des
Zinnchlorid in 100 mg Wasser gelöst. Zerfall des

Vers 7. 50 mg Substanz in 100 mg Wasser gelöst. Zerfall des
Zinnchlorid in 100 mg Wasser gelöst. Zerfall des

Vers 8. 50 mg Substanz in 100 mg Wasser gelöst. Zerfall des
Zinnchlorid in 100 mg Wasser gelöst. Zerfall des

Vers 9. 50 mg Substanz in 100 mg Wasser gelöst. Zerfall des
Zinnchlorid in 100 mg Wasser gelöst. Zerfall des

Vers 10. 50 mg Substanz in 100 mg Wasser gelöst. Zerfall des
Zinnchlorid in 100 mg Wasser gelöst. Zerfall des

Vers 11. 50 mg Substanz in 100 mg Wasser gelöst. Zerfall des
Zinnchlorid in 100 mg Wasser gelöst. Zerfall des

Vers 12. 50 mg Substanz in 100 mg Wasser gelöst. Zerfall des
Zinnchlorid in 100 mg Wasser gelöst. Zerfall des

Vers 13. 50 mg Substanz in 100 mg Wasser gelöst. Zerfall des
Zinnchlorid in 100 mg Wasser gelöst. Zerfall des

Vers 14. 50 mg Substanz in 100 mg Wasser gelöst. Zerfall des
Zinnchlorid in 100 mg Wasser gelöst. Zerfall des

Vers 15. 50 mg Substanz in 100 mg Wasser gelöst. Zerfall des
Zinnchlorid in 100 mg Wasser gelöst. Zerfall des

Vers. 13. Kupferacetat 2,5 g in einem über dem Wasserbad
dann bei 300°C erhitzt. Nach dem Abkühlen wird
bei dem Kupferacetat ein kleiner Rest an
legt, im Übrigen ist die Reaktion zu vermeiden.
Sobald das Kupferacetat mit dem Eisenblech in Berührung
kam, verpuffte es, wobei das Eisenblech aus dem
Eisenrohr aus und sich das austretende Acetylen an der
Luft entzündete.

Vers. 14. Kupferacetat behandelte wie in Vers. 13 angegeben, jedoch
Kupferacetat in zwei Portionen und der Versuch auf Kar-
tenblatt gelegt. Wirkung genau wie beim vorhergehenden
Versuch.

Vers. 15. Gemisch aus Kupferacetat und Kupfer (aus dem Abgangs-
rohr des Nährkessels für das Kocherherstellung genommen)
behandelt wie in Vers. 13 angegeben und auf Kartenblatt
gelegt. Dieses Gemisch explodiert beim Schlagen nicht,
beim Berühren mit einem Glasstab das Gemisch explodiert
beim Berühren mit einem Glasstab das Gemisch explodiert
nur). Beim Hebeln des Acetylen durch das Gemisch
keine Verpuffung im Eisenrohr, auch sonstige merkbare
Veränderung.

Vers. 16. Wie Vers. 13, jedoch statt Acetylen mit Moya bei 220°C
durch das Eisenrohr geleitet. Keine Verpuffung.

Vers. 17. Wie vorher, jedoch Kupferacetat auf 80°C erhitzt. Keine
Verpuffung.

Vers. 18. 2,5 g Kupferacetat und 1 cm großes Eisenblech gelegt,
gesendet in der Luft, keine Verpuffung im Eisenrohr.

Vers. 19. Gasförmiges Acetylen, das durch ein Rohr in die Divergenz-
zylinder im Eisenrohr geleitet wird, explodiert nicht, sondern
der Gasdruck im Eisenrohr steigt an. Bei dem Versuch
sollte man sich darauf achten, dass das Eisenblech
keine Verpuffung im Eisenrohr verursacht. Eine Verpuffung
kann durch das Eisenblech verursacht werden, wenn es
genau über dem Eisenrohr liegt. Bei dem Versuch
sollte man sich darauf achten, dass das Eisenblech
keine Verpuffung im Eisenrohr verursacht.

Vers. 20. Gasförmiges Acetylen, das durch ein Rohr in die Divergenz-
zylinder im Eisenrohr geleitet wird, explodiert nicht, sondern
der Gasdruck im Eisenrohr steigt an. Bei dem Versuch
sollte man sich darauf achten, dass das Eisenblech
keine Verpuffung im Eisenrohr verursacht. Eine Verpuffung
kann durch das Eisenblech verursacht werden, wenn es
genau über dem Eisenrohr liegt. Bei dem Versuch
sollte man sich darauf achten, dass das Eisenblech
keine Verpuffung im Eisenrohr verursacht.

Vers. 21. Gasförmiges Acetylen, das durch ein Rohr in die Divergenz-
zylinder im Eisenrohr geleitet wird, explodiert nicht, sondern
der Gasdruck im Eisenrohr steigt an. Bei dem Versuch
sollte man sich darauf achten, dass das Eisenblech
keine Verpuffung im Eisenrohr verursacht. Eine Verpuffung
kann durch das Eisenblech verursacht werden, wenn es
genau über dem Eisenrohr liegt. Bei dem Versuch
sollte man sich darauf achten, dass das Eisenblech
keine Verpuffung im Eisenrohr verursacht.

Vers. 22. Gasförmiges Acetylen, das durch ein Rohr in die Divergenz-
zylinder im Eisenrohr geleitet wird, explodiert nicht, sondern
der Gasdruck im Eisenrohr steigt an. Bei dem Versuch
sollte man sich darauf achten, dass das Eisenblech
keine Verpuffung im Eisenrohr verursacht. Eine Verpuffung
kann durch das Eisenblech verursacht werden, wenn es
genau über dem Eisenrohr liegt. Bei dem Versuch
sollte man sich darauf achten, dass das Eisenblech
keine Verpuffung im Eisenrohr verursacht.

Vers. 23. Gasförmiges Acetylen, das durch ein Rohr in die Divergenz-
zylinder im Eisenrohr geleitet wird, explodiert nicht, sondern
der Gasdruck im Eisenrohr steigt an. Bei dem Versuch
sollte man sich darauf achten, dass das Eisenblech
keine Verpuffung im Eisenrohr verursacht. Eine Verpuffung
kann durch das Eisenblech verursacht werden, wenn es
genau über dem Eisenrohr liegt. Bei dem Versuch
sollte man sich darauf achten, dass das Eisenblech
keine Verpuffung im Eisenrohr verursacht.

Vers. 24. Gasförmiges Acetylen, das durch ein Rohr in die Divergenz-
zylinder im Eisenrohr geleitet wird, explodiert nicht, sondern
der Gasdruck im Eisenrohr steigt an. Bei dem Versuch
sollte man sich darauf achten, dass das Eisenblech
keine Verpuffung im Eisenrohr verursacht. Eine Verpuffung
kann durch das Eisenblech verursacht werden, wenn es
genau über dem Eisenrohr liegt. Bei dem Versuch
sollte man sich darauf achten, dass das Eisenblech
keine Verpuffung im Eisenrohr verursacht.

Vers. 25. Gasförmiges Acetylen, das durch ein Rohr in die Divergenz-
zylinder im Eisenrohr geleitet wird, explodiert nicht, sondern
der Gasdruck im Eisenrohr steigt an. Bei dem Versuch
sollte man sich darauf achten, dass das Eisenblech
keine Verpuffung im Eisenrohr verursacht. Eine Verpuffung
kann durch das Eisenblech verursacht werden, wenn es
genau über dem Eisenrohr liegt. Bei dem Versuch
sollte man sich darauf achten, dass das Eisenblech
keine Verpuffung im Eisenrohr verursacht.

Vers. 26. Gasförmiges Acetylen, das durch ein Rohr in die Divergenz-
zylinder im Eisenrohr geleitet wird, explodiert nicht, sondern
der Gasdruck im Eisenrohr steigt an. Bei dem Versuch
sollte man sich darauf achten, dass das Eisenblech
keine Verpuffung im Eisenrohr verursacht. Eine Verpuffung
kann durch das Eisenblech verursacht werden, wenn es
genau über dem Eisenrohr liegt. Bei dem Versuch
sollte man sich darauf achten, dass das Eisenblech
keine Verpuffung im Eisenrohr verursacht.

Vers. 27. Gasförmiges Acetylen, das durch ein Rohr in die Divergenz-
zylinder im Eisenrohr geleitet wird, explodiert nicht, sondern
der Gasdruck im Eisenrohr steigt an. Bei dem Versuch
sollte man sich darauf achten, dass das Eisenblech
keine Verpuffung im Eisenrohr verursacht. Eine Verpuffung
kann durch das Eisenblech verursacht werden, wenn es
genau über dem Eisenrohr liegt. Bei dem Versuch
sollte man sich darauf achten, dass das Eisenblech
keine Verpuffung im Eisenrohr verursacht.

- Vers. 26. Wie vorher, jedoch bei 1 ata und 35°, Ergebnis wie vorher.
- Vers. 27. Wie vorher, jedoch 1,15 ata und 35°, Ergebnis wie vorher.
- Vers. 28. Flüssiges Nova, 1 ata, 5°, Zündung in 4 dm-Geräte mit elektrischem Funken (Funkenstrecke 4 mm parallel hierzu 8000 cm Kapazität) in der Flüssigkeit; bis 18 kV keine Funkenbildung in flüssigen Nova, bei höherer Spannung erfolgte Überschlag um das 12 mm weite Glasgefäß herum.
- Vers. 29. Gasförmiges Nova, 1 ata, 20°, Zündung in 3 l-Glaskolben mit elektrischem Lichtbogen von 20 kV einer 4 kW-Hochfrequenzapparatur (100 kHz); Zerfall des Nova.
- Vers. 30. 10 % Nova + 90 % Luft, 1 ata, 20°, Zündung wie bei Versuch 25; Gemisch explodiert.
- Vers. 31. Gasförmiges Nova, 1 ata, 20°, Zündung in 3 l-Glaskolben mit Gasanzünder, der in Luft starke Funkenbildung gab; keine Spur von Russabscheidung.
- Vers. 32. Gasförmiges Nova, 1 ata, 20°, Zündung durch Reiben von Eisen an Schmiergelstein in 3 l-Eisengefäß mit Schauglas (in Luft gab diese Anordnung starken Funkenregen); keine Spur von Russabscheidung.
- Vers. 33. Gasförmiges Nova, 1,75 ata, 20°, Zündung wie vorher; lediglich Nebelbildung (wohl fein verteilter Russ).
- Vers. 34. Gasförmiges Nova, 1 ata, 20°, Glasflasche und Glasglocke durch Glasrohr miteinander verbunden (s. Abb. 1); gezündet in der Flasche mit Cu-Draht, Novazerfall, schlug sofort von der Flasche durch das Glasrohr nach der Glasglocke durch, wobei letztere vollkommen zertrümmert wurde.
- Vers. 35. Gasförmiges Nova, 1 ata, 20°, Anordnung und Zündung wie vorher, jedoch Eisenrohr statt des Glasrohres; Ausbreitung des Novazerfalls durch Eisenrohr wesentlich langsamer als vorher, einmal erfolgte sogar kein Durchschlag.
- Vers. 36. Gasförmiges Nova, 1 ata, 20°, Anordnung und Zündung wie bei Vers. 34, jedoch nun Glasrohr auf der Seite der Glocke auf 20 cm Länge mit Eisenspänen ausgefüllt; Novazerfall geht durch das Glasrohr wie durch Eisenspänen, dann unterbrochen.
- Vers. 37. Gasförmiges Nova, 1 ata, 20°, Anordnung und Zündung wie vorher, jedoch nun Eisenspäne in Glasrohr auf der Seite der Flasche gebracht; Zerfall nur in der Flasche, nicht in Glasrohr.
- Vers. 38. Gasförmiges Nova, 1 ata, 20°, 250 l-Glaszylinder mit angesetztem Glasrohr, das Eisenpulver enthält, und Glasglocke (s. Abb. 2), gezündet in der Flasche mit Cu-Draht; Nova im Glaszylinder verteilt, Funkenregen (Glocke für festgebunden), durch Überdruck wird die Glocke nach oben im Nova-Licht vorhandenen Eisenspänen durch das Glasrohr abgeworfen, es wurde jedoch kein Zerfall des Nova in der Glasglocke beobachtet.

- Vers. 39. Gasförmiges Nova, 1 ata, 20°, Anordnung und Zündung ähnlich wie vorher, jedoch nach Abb. 3; Ergebnis wie vorher.
- Vers. 40. Acetylen, 2 ata, 20°, 10 l-Flasche, die $\frac{3}{4}$ mit Eisenspänen gefüllt ist, Zündung mit Pt-Draht 5 cm über den Eisenspänen; über den Eisenspänen Zerfall des Acetylens, dagegen Acetylen zwischen den Eisenspänen nicht zerfallen.
- Vers. 41. Acetylen, 2 ata, 20°, 300 l-Eisenblechgefäß, $\frac{4}{5}$ mit Eisenspänen gefüllt, Probendruck des Gefäßes 4,6 atü, Gefäß mit Al-Reiss-Scheibe von 90 mm freiem Durchmesser versehen, Reissdruck der Scheibe 4,5 atü, Zündung wie vorher; Druck stieg bis etwa 5 atü, dann flog das ganze Gefäß auseinander (Bruchstücke bis zu 100 m weit). Die Eisenspäne waren etwa bis zur Hälfte mit Russ bedeckt, woraus ersichtlich, dass auch etwa die Hälfte des Acetylens zwischen den Eisenspänen zerfallen war.
- Vers. 42. Acetylen, 2 ata, 20°, Anordnung und Zündung wie vorher, jedoch nun einen nur etwa 15 l grossen von Eisenspänen freien Raum im Eisengefäß gelassen; Reiss-Scheibe gerissen, Gefäß stark ausgebaucht, jedoch nicht aufgerissen.
- Vers. 43. Acetylen, 2 ata, 20°, Anordnung und Zündung wie bei Vers. 41, jedoch Zündraum, der von Eisenspänen frei war, nur 24 l gross, hierbei wurde das beim vorigen Vers. ausgebauchte Gefäß benutzt, daher Reissdruck der Scheibe nun nur 3,5 atü; Reiss-Scheibe gerissen, Gefäß an den Schweißnähten aufgerissen.
- Vers. 44. Acetylen, 2,2 ata, 3°, Anordnung und Zündung wie bei Vers. 41, jedoch nun an Stelle der Eisenspäne Eisenraschigringe von 20 x 20 mm eingefüllt, freier Gasraum über den Raschigringen 2 l; lediglich Scheibe herausgeflogen, Gefäß nicht, wie bei Vers. 42, ausgebaucht.
- Vers. 45. 95 % Nova + 5 % Stickoxyd, 1 ata, 20°, Zündung im 3 l-Glaskolben mit Cu-Draht; Zerfall des Nova.
- Vers. 46. 91,5 % Nova + 8,5 % Propylen, 1 ata, 20°, Zündung im 3 l-Glaskolben mit Cu-Draht; Zerfall des Nova.
- Vers. 47. 10,5 % Divadampf + 89,5 % Luft, am Boden des Gefäßes (5 l-Flasche) 100 ccm flüssiges reines Diva¹⁾, 1 ata, 22°, Zündung im Gasraum mit Cu-Draht; nur leichter Knall, Stopfen herausgeflogen, flüssiges Diva nicht zerfallen.
- Vers. 48. 10 % Divadampf + 90 % Luft, am Boden des Gefäßes (5 l-Flasche) 500 ccm flüssiges reines Diva¹⁾, Zündung mit 1 g Divaperoxyd im Gasraum; Stopfen mit Knall herausgeflogen, keine Russabscheidung, Flasche ganz geblieben, flüssiges Diva unverändert.
- Vers. 49. Gezündete Substanz, Anordnung und Zündung wie vorher, nun jetzt Gummistopfen auf der Flasche festgebunden; Stopfen herabgedrückt, starke Russabscheidung, Flasche ganz geblieben, flüssiges Diva unverändert.

1) Unter die Bezeichnung "Divadampf" sind 1) 2)

- Vers. 50. 10,5% Divadampf + 89,5 % Stickstoff, am Boden des Gefäßes (5 l-Flasche) 100 ccm flüssiges reines Diva¹⁾, 1 ata, 22°, Zündung mit Pt-Draht im Gasraum; nur dünner Nebel im Gasraum.
- Vers. 51. Gezündete Substanz wie bei Vers. 47, 1 ata, 22°, Zündung mit Pt-Draht in der Flüssigkeit; geringe Russabscheidung in der Flüssigkeit, kein Zerfall der Flüssigkeit oder des Divadampf-Luft-Gemisches.
- Vers. 52. 38 % Divadampf + 62 % Luft, auf dem Boden des Gefäßes (5 l-Flasche) 100 ccm flüssiges reines Diva¹⁾, 1 ata, 55°, Zündung mit Pt-Draht in der Flüssigkeit; keine Russabscheidung.
- Vers. 53. 35 % Divadampf + 65 % Luft, am Boden des Gefäßes (5 l-Flasche) 100 ccm flüssiges reines Diva¹⁾, 1,54 ata, 65°, Zündung im Gasraum mit Cu-Draht; geringe Russabscheidung, Flüssigkeit unverändert.
- Vers. 54. Siedendes reines Diva¹⁾, 1 ata, 84°, 3 l-Glaskolben, Zündung im Gasraum mit Cu-Draht; keine Russabscheidung.
- Vers. 55. Wie vorher, jedoch Zündung nun mit Pt Draht in der Flüssigkeit; keine Russabscheidung.
- Vers. 56. Siedendes rohes Diva¹⁾, 1 ata, 84°, 3 l-Glaskolben, Zündung im Gasraum mit Cu-Draht; Zerfall des Gasraums, starke Russentwicklung, kein Zerfall der Flüssigkeit.
- Vers. 57. Wie vorher, jedoch nun Zündung mit Cu-Draht in der Flüssigkeit; Flüssigkeit nicht zerfallen, Bildung weisser Nebel im Gasraum, keine Russabscheidung.
- Vers. 58. Gezündete Substanz und Zündart wie bei Vers. 56, jedoch nun 3 l-Glaskolben fest verschlossen; Zerfall des Gasraums, Kolben gesprungen, kein Zerfall der Flüssigkeit.
- Vers. 59. 5 % Divadampf + 95 % Mova, am Boden des Gefäßes (Druckgefäß von 6 l Inhalt) 50 g flüssiges rohes Diva¹⁾, 2,5 ata, 35°, Zündung mit Cu-Draht im Gasraum; Gasraum zerfallen, flüssiges Diva zu etwa 55 % zerfallen (berechnet aus der entstandenen Russmenge).
- Vers. 60. 10 % Divadampf + 90 % Mova, am Boden des Gefäßes (Druckgefäß von 6 l Inhalt) 50 g flüssiges rohes Diva¹⁾, 2,8 ata, 50°, Zündung mit Cu-Draht im Gasraum; Gasraum zerfallen, flüssiges Diva zu etwa 65 % zerfallen.
- Vers. 61. 6 % Divadampf + 94 % Acetylen, am Boden des Gefäßes (Druckgefäß von 6 l Inhalt) 60 ccm flüssiges rohes Diva¹⁾, 1,5 ata, 21°, Zündung mit Cu-Draht im Gasraum; kein Zerfall von Flüssigkeit oder Gas.
- Vers. 62. 4 % Divadampf + 96 % Acetylen, am Boden des Gefäßes (Druckgefäß von 6 l Inhalt) 60 ccm flüssiges rohes Diva¹⁾, 2,0 ata, 21°, Zündung mit Cu-Draht im Gasraum; Gasraum zerfallen, Flüssigkeit grossenteils, Druck stieg hierbei auf 40 atü.

Über die Bezeichnungen "Diva rein" u. "Diva roh" vgl. S. 2 und 6.

- Vers. 63. 750 ccm reines flüssiges Diva¹⁾, darüber Stickstoff, 5 l-Einengefäß von 7 atü Probedruck mit Reiss-Scheibe (s. Abb. 4), Einfalten von überhitztem Wasserdampf, dessen Temperatur stetig erhöht wurde; bei 4,2 atü Reiss-Scheibe gerissen, jedoch nicht durch Zerfall des Diva, sondern durch Wasserdampfdruck verursacht. Etwa die Hälfte des Diva war polymerisiert, der Rest noch flüssig.
- Vers. 64. Gefäß und Anordnung wie vorher, jedoch das Diva nun zuvor 48 Stunden an Luft stehen lassen, sodass sich Peroxyd bilden konnte; als der Druck auf 2,9 atü gestiegen war, plötzlich auf 4,5 atü gestiegen, wobei Scheibe herausflog. Diva z.T. zersetzt (teerartige Produkte), Rest vollkommen polymerisiert.
- Vers. 65. Gasförmiges Nova, 1 ata, 20°, Zündung mit Al-Draht von 0,2 mm Ø (6 V Zündspannung) im 3 l-Glas Kolben; Zündung wiederholt ausgeführt, wobei Nova meist, aber nicht immer zerfallen.
- Vers. 66. Acetylen, 2,0 ata, 20°, Zündung im Druckgefäß von 6 l Inhalt mit Cu-Draht; Gas vollständig zerfallen, Zerfallsdauer 0,045 Sek. (gemessen mit Piezoindikator von Zeiss-Ikon).
- Vers. 67. 50 % Acetylen + 50 % Nova, sonst wie vorher; Zerfallsdauer 0,095 Sek.
- Vers. 68. Gasförmiges Nova von 2 ata und 25°, sonst wie vorher; Zerfallsdauer 0,18 Sek.
- Vers. 69. 40 % Acetylen + 60 % Sauerstoff, 2,5 ata, 20°, sonst wie vorher; Explosionsdauer etwa 0,0005 Sekunden.
- Vers. 70. Adsorptionskohle mit Nova gesättigt, 1 ata, 100°, Zündung mit Cu-Draht, der mit Kohlestückchen umgeben ist, 3 l-Flasche; kein Zerfall des Nova, kein Druckanstieg.
- Vers. 71. Adsorptionskohle mit Nova gesättigt, 1 ata, 50°, Zündung mit Cu-Draht im Gasraum über der Kohle, 3 l-Flasche; Nova über der Kohle zerfallen, Zerfall hörte an der Kohle auf.
- Vers. 72. Gasförmiges Nova, 1 ata, 20°, 250 l-Gasometer, oben mit Öffnung von 6,2 cm Ø versehen, aus der Nova ausströmte, Gasometerglocke frei beweglich, Zündung des ausströmenden Nova mit Sticht Flamme; Nova brennt lediglich ab, kein Zerfall des Nova im Gasometer.
- Vers. 73. Wie vorher, jedoch nun Gasometerglocke festgehalten, als die Hälfte des Nova ausgeströmt war; anfangs wie vorher, als dann die Gasometerglocke festgehalten wurde, schlug die Flamme in den Gasometer und verursachte Zerfall des (inertisierten!) Nova im Gasometer, wobei Glocke herausflog (Novazerfall nicht durch einströmende Luft verursacht, da bekanntlich eine Explosion stattgefunden hätte).

¹⁾ Heber die Bezeichnungen "Diva reines" und "Diva rohes" vgl. S. 2 u. 4.

18.11.27
33
Vers. 74. Mova gasförmig, 1 ata, Zündung in 2 l-Gefäß mit elektrisch geheltem Pt-Draht von 0,1 mm ϕ , die Temperatur des Drahtes wurde stetig bis zur Zündung erhöht, Temperaturmessung des Drahtes erfolgte durch Messung der Heizspannung und Stromstärke, ab etwa 670° Draht glüht (schwach) Nebelbildung im Gasraum (Polymerisation, Druck fällt trotz steigender Temperatur), Temperatur im Gasraum (mit Thermometer gemessen) steigt auf 30°. Bei 710° erfolgte Zündung des Mova.

Vers. 75. Mova gasförmig, Anordnung wie beim vorigen Versuch, jedoch Temperatur etwa 3 Min. bei 670° stehen lassen, wobei sich der Heizdraht mit Polymerisat überzieht (Pt-Draht wird matt), die Temperatur im Gasraum steigt hierbei auf 40°. Bei 730° Zündung des Mova.

Vers. 76. Mova gasförmig, Anordnung wie bei Vers. 74, jedoch strömte das Mova nur während des Versuchs durch das Zündgefäß, damit die nebelartigen Polymerisationsprodukte dauernd weggeführt wurden, die Temperatur im Gasraum bleibt bei 17° stehen. Ferner wurde die Temperatur des Pt-Drahtes so schnell erhöht, dass sich keine merklichen Mengen von Polymerisat am Draht absetzen konnten (Draht bleibt blank). Zündung des Mova bei 705°.

Vers. 77. Mova gasförmig, Anordnung wie Vers. 74, bei 680° (Draht glüht schwach) noch keine Nebelbildung, bei 690° setzt Nebelbildung ein; Temperatur etwa 20 Min. bei 690° gehalten (durch Verbindung mit dem Gasometer wurde der Mova-Druck von 1 ata aufrecht erhalten), Temperatur im Gasraum steigt bis 42°, keine Zündung des Mova.

Vers. 78. Acetylen, 1 ata, Anordnung wie Vers. 74, Temperatur des Pt-Drahtes bis 830° erhöht, hierbei stieg die Gastemperatur bis 46°. Keine Anzeichen für Zersetzung oder Polymerisation.

Vers. 79. Acetylen, 1,9 ata, Anordnung wie Vers. 74, Temperatur des Drahtes im Laufe von 30 Min. von 450 bis 730° erhöht, wobei Temperatur im Gasraum bis 42° stieg. Keine Anzeichen für Zersetzung oder Polymerisation, obwohl bei 42° der zum fortschreitenden Zerfall von feuchtem Acetylen notwendige Druck (1,6 - 1,7 ata) überschritten war.

Vers. 80. 3,3 % Mova + 96,7 % Luft, 1 ata, 15°, Zündung mit Sn-Draht im 2 l-Glaskolben; Gasgemisch explodiert.

Vers. 81. 5,4 % Mova + 94,6 % Luft, 1 ata, 15°, Zündung mit Sn-Draht im 2 l-Glaskolben; Gasgemisch explodiert.

Vers. 82. 6,7 % Mova + 93,3 % Luft, 1 ata, 15°, Zündung mit Sn-Draht im 2 l-Glaskolben; Gasgemisch explodiert.

Vers. 83. 10% Acetylen + 90% Luft, 1 ata, 15°, Zündung mit Sn-Draht im 2 l-Glaskolben; Gasgemisch explodiert.

Vers. 84. 5 % Mova + 95 % Luft, 1 ata, 15°, Zündung durch Eingießen von flüssigem Zinn von 250° in das Gasgemisch; keine Explosion.

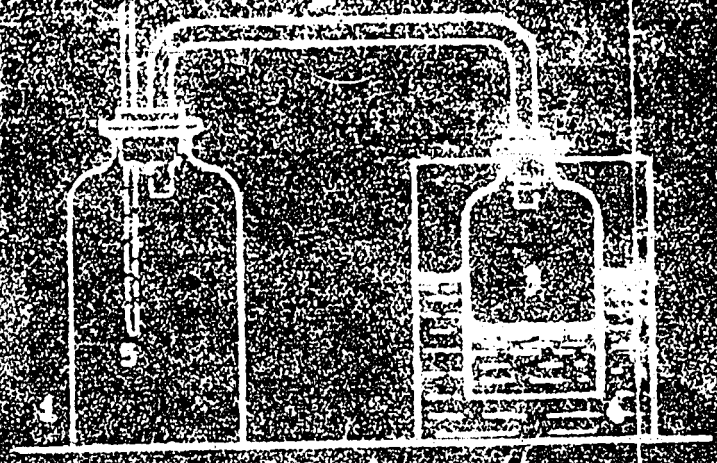
- Vers.85. 5 % Mova + 95 % Luft, 1 ata, 15°, Zündung durch Eingießen von flüssigem Blei von 340° in das Gasgemisch; keine Explosion.
- Vers.86. 20 % Mova + 80 % Luft, 1 ata, 15°, Zündung durch Eingießen von flüssigem Blei von 340° in das Gasgemisch; keine Explosion.
- Vers.87. 5 % Mova + 95 % Luft, 1 ata, 15°, Anordnung und Zündung wie bei Vers.74. Explosion bei 435°.
- Vers.88. 5 % Acetylen + 95 % Luft, 1 ata, 15°, Anordnung und Zündung wie bei Vers.74. Explosion bei 580°.
- Vers.89. 10 % Acetylen + 90 % Luft, 1 ata, 20°, Glasrohr (50 mm Ø, 600 cm lang) vertikal stehend, in der Mitte des Rohres 0,5 cm dicke Schicht von gewöhnlicher Glaswolle für Isolierzwecke (1 g), gezündet mit Cu-Draht am unteren Rohrende; Gasgemisch explodiert, Glaswollschicht durchgeschlagen.
- Vers.90. Wie vorher, jedoch nun feine Glaswolle (1 g) für textile Verwendung benutzt; Glaswollschicht durchgeschlagen.
- Vers.91. Wie Vers.89, jedoch Schichtdicke nun 3 cm (=6 g Glaswolle); Glaswollschicht nicht durchgeschlagen.
- Vers.92. Wie Vers.90, jedoch Schichtdicke nun 3 cm (=6 g Glaswolle); Glaswollschicht nicht durchgeschlagen.
- Vers.93. 40 % Acetylen + 60 % Luft, 1 ata, 20°, Glaswollschicht wie vorher; Glaswollschicht nicht durchgeschlagen.
- Vers.94. Getrockneter „Rührkesselansatz“ (Gemisch aus Cupren, Cu-Salzen, Polymerisat und Kupferacetylen) konnte an Luft weder durch Erhitzen, Reiben oder Schlagen zur Verpuffung gebracht werden.
- Vers.95. Tantalscheibe, Gesamtdurchmesser 50 mm, Breite der Dichtungsfläche 5 mm, Halterung s. Abb. 8, Scheibendicke 0,05 mm; Reissdruck von 3 Scheiben bei 6,2, 6,7 u. 8,0 atü.
- Vers.96. Tantalscheibe, wie vorher, jedoch Scheibendicke 0,04 mm; Reissdruck 5,5 und 6,3 atü.
- Vers.97. Tantalscheibe wie vorher, jedoch Scheibendicke 0,02 mm; Reissdruck 3,7 atü.
- Vers.98. Tantalscheibe wie vorher, jedoch Scheibendicke 0,012 mm; Reissdruck 1,2 atü.

Vers. Nr.	Zusammensetzung der Lösung				Kochzeit Stdn.	Divapolymerisat	
	Methanol		Diva rein ¹⁾			g	%
99	80	20	320	80	120	107	33
100	120	30	280	70	120	68	24,5
101	160	40	240	60	120	50	21
102	200	50	200	50	120	43	21,5
103	240	60	160	40	120	42	26
104	280	70	120	30	120	24	20
105	80	20	320	80	45	94	29
106	120	30	280	70	45	66	23,5
107	160	40	240	60	45	51	21

1) Ueber die Bezeichnung "Diva rein" vgl. § 2.

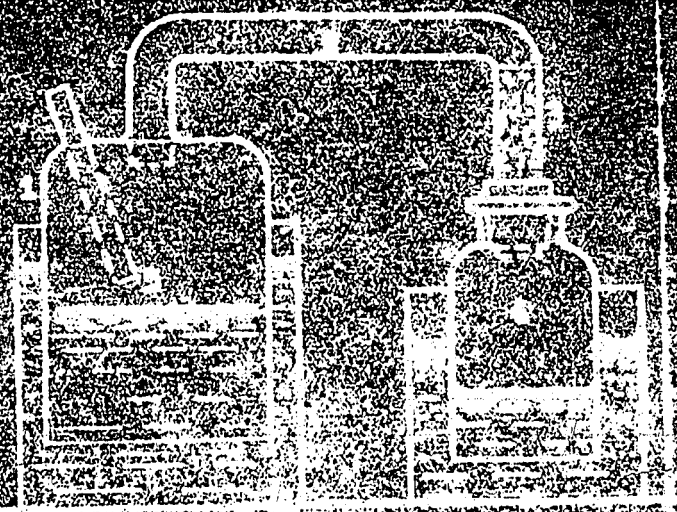
Vers. Nr.	Zusammensetzung der Lösung						Kochzeit Stdn.	Divapolymerisat	
	Rohdiva ²⁾		Methanol		Acetaldehyd			g	%
108	321	73	75	17	45	10	215	150	46,5
109	292	66,5	108	24,5	40	9	215	106	36,5
110	263	60	141	32	36	8	215	85	32
111	234	53	174	39,5	32	7,5	215	65	28
112	204	46,5	208	47	28	6,5	215	62	30,5

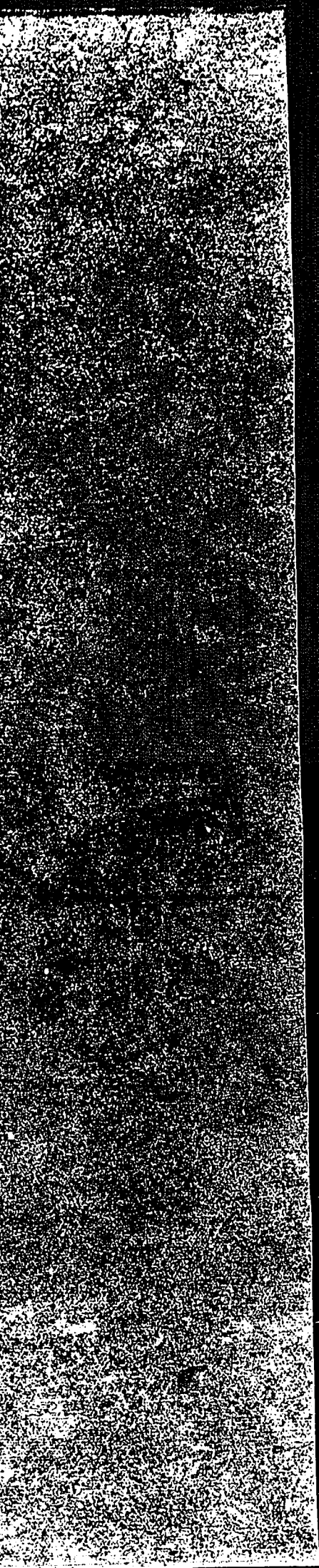
2) Ueber die Zusammensetzung von Rohdiva s. § 6. Für die Vers. 108 bis 112 wurde das Rohdiva nicht zuvor aus dem Rückstand der Novadestillation isoliert und dann erst mit Methanol verdünnt, sondern als Ausgangslösung für diese Versuche diente der direkt der Blase entnommene Rückstand, dessen Zusammensetzung aus den in Vers. 108 genannten Zahlen ersichtlich ist. Die Lösungen der Versuche 109-112 wurden aus dieser Lösung durch Zugabe von Methanol hergestellt (das Verhältnis Rohdiva : Aldehyd ist also konstant).



App. 1

- 1 - 15 Ltr. Glass Jar
- 2 - Glass Jar (diam. 90 cm)
- 3 - 7.5 Ltr. Glass Jar
- 4 - Glass Jar
- 5 - Glass Jar

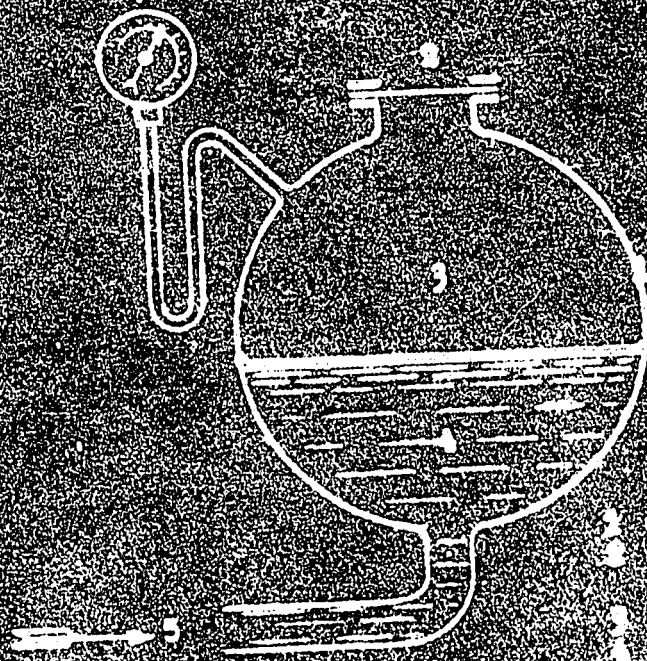






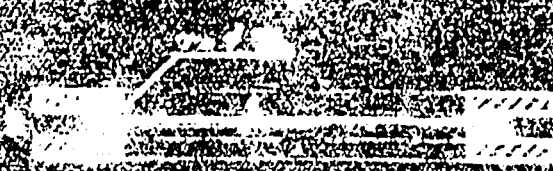
- 1 - 250 Ltr-Gasmeter
- 2 - Eisenrohr (3" Ø, Länge 2 m)
- 3 - Eisenplatte auf 10 cm Länge
- 4 - 10 Ltr-Glasglocke
- 5 - Zündung

Abb. 5

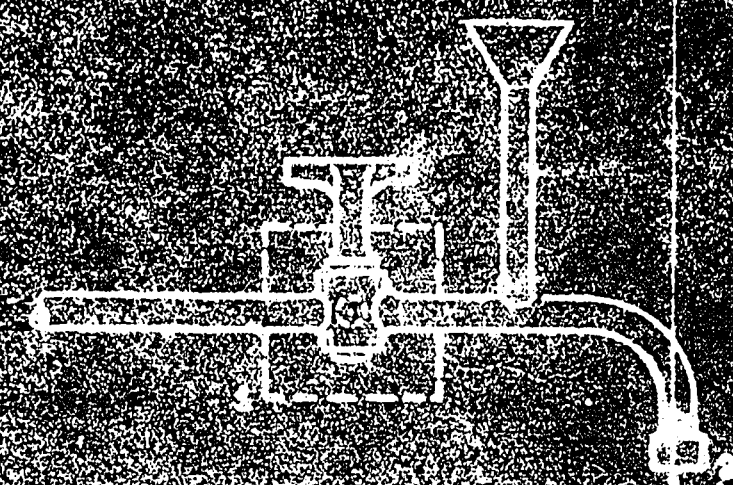


- 1 - 5 ltr-Eisengröß
- 2 - Al-Stein-Schale, Reiss-
platte 4,3 cm
- 3 - Stickstoff
- 4 - Flamme
- 5 - Wasserdampf

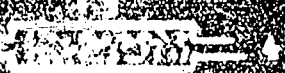
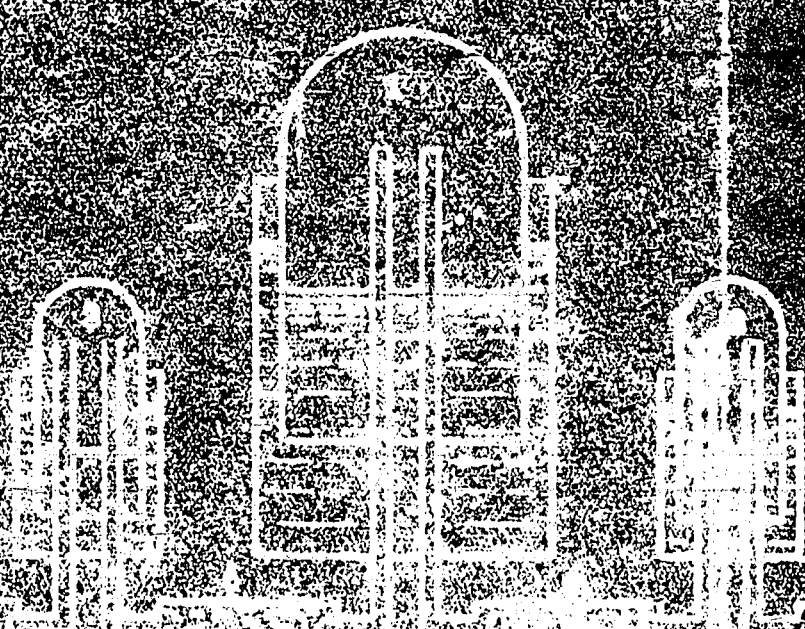
Abb. 6



1 - Ventilscheibe
2 - Dichtung



VENTIL MIT ABSTÖPER
FÜR VERFLÜSSIGTE GASPHASE



4 15-88A

Theoretisches zum Acetylenzerfall:Einfluß von lichter Weite und Wandstärke
eines Rohres auf die Fortpflanzung einer
Zerfallswelle.

2077-15

Bericht des Herrn Dr. Weißweiler v. 24.6.41.

30/403

Physikalischer Betrieb
Lu 241.

Ludwigshafen/Rh., den 24. 6. 41/E

Zusammenfassung.

Im Anschluß an experimentelle Ergebnisse bei unseren Untersuchungen über den Acetylenzerfall wird auf theoretischem Wege nachgewiesen, daß die Wandstärke der als Detonationschutz eingebauten engen Eisenrohre sehr gering sein kann und daß es zweckmäßig ist, die lichte Weite dieser Rohre niedrig zu halten.

Theoretisches zum Acetylenzerfall:

Einfluß von lichter Weite und Wandstärke eines Rohres
auf die Fortpflanzung einer Zerfallswelle.

Es ist eine längst bekannte Tatsache, daß eine Explosionswelle, verursacht durch die Entzündung eines explosiblen Gasgemisches, in engen Rohren zum Erstickten kommt. Dasselbe gilt für den Acetylenzerfall in langen engen Rohren. Dabei hängt die notwendige Dimensionierung solcher Rohre, die diesen Effekt zeigen sollen, in erster Linie von den Eigenschaften und dem Zustand des Gasgemisches bzw. dem Acetylen ab: Sauerstoffgehalt, Gehalt an Inertem, Druck, Temperatur, Zündgeschwindigkeit. Erst in 2. Linie spielt das Material des Rohres eine Rolle.

Da diese Eigenschaft enger Rohre als Sicherheitselement gegen einen fortschreitenden Acetylenzerfall bzw. gegen die Ausbildung einer Detonationswelle von uns eingesetzt wird, erscheint es angebracht, ungeachtet der laufenden, jedoch langwierigen experimentellen Untersuchungen, sie auch einer theoretischen Betrachtung zu unterziehen. Es handelt sich für die Praxis vorzugsweise um die Frage der Wandstärke solcher Rohre; die Materialfrage hat nur theoretisches Interesse, da wir beim Acetylen auf Eisenrohre angewiesen sind. Enge Rohre werden gebündelt in ein weites Rohr eingebaut. Mit wachsender Wandstärke der engen Rohre tritt eine Querschnittverengung des Hauptrohres ein und damit eine Erhöhung des Strömungswiderstandes; außerdem ist es wirtschaftlicher, den gleichen Effekt mit dünnwandigen als mit dickwandigen Rohren zu erzielen.

Wir sind uns aber klar darüber, daß eine theoretische Behandlung des Problems nur unter starker Vereinfachung der sehr verwickelten Erscheinungen bei einer fortschreitenden Zerfallswelle und unter gewissen plausiblen Annahmen über thermische Eigenschaften der "Verbrennungsgase" und des Wandmaterials erfolgen kann. Immerhin glauben wir, daß auch diese theoretischen Untersuchungen von

Nutzen sein werden, da sie einige von uns gemachten experimentellen Beobachtungen verständlich machen und zu neuen Versuchen anregen.

Bei unseren Griesheimer Versuchen fiel uns Folgendes auf: 60 m lange Eisenrohre von $\frac{1}{2}$ " bzw. 10 mm lichter Weite und 2 mm Wandstärke wurden bis zu 10 atü mit trockenem, reinem Acetylen gefüllt und der Fülldruck ermittelt, bei dem der durch eine starke Initialzündung eingeleitete Zerfall sich bis ans Rohrende fortpflanzt. Die Raumtemperatur und damit die Rohrtemperatur lag zwischen $+10$ und $+20^{\circ}$ C. Die Durchschläge erfolgten in beiden Rohren bei Drucken oberhalb 7 bis 8 atü. Die Rohre waren nach dem Durchschlag nur handwarm. Da zunächst angenommen wurde, daß eine rasche energische Abkühlung der Rohre die zerfallsaufhaltende Wirkung unterstützen würde, packten wir das 10 mm Rohr (60 m !) zu einem schlangenförmig gewundenen Paket und senkten dieses in eine Grube, die mit Wasser von etwa $+10^{\circ}$ gefüllt war. Es ergab sich nun die überraschende Tatsache, daß der erreichte Enddruck (am Rohrende) nicht wesentlich herabgesetzt wurde, die Kühlung des Rohres also wider Erwarten keinen Vorteil brachte.

Das kann nur so gedeutet werden, daß die Geschwindigkeit, mit der die Zerfallswelle durch das Rohr läuft, viel zu groß ist, als daß die durch das Wasser der Außenwand des Rohres aufgedrückte niedrige Temperatur durch Wärmeleitung abkühlend auf die "Verbrennungszone" wirken könnte. Das besagt aber nichts anderes, als daß die Wärme während des Vorbeigleitens der Verbrennungszone nur ganz wenig tief in die Rohrwand eindringt, daß also für den erwarteten Wärmeentzug der "Verbrennungszone" die Wandstärke von 2 mm unnötig hoch ist.

Versucht man, sich dieses Ergebnis plausibel zu machen, so kommt man zu folgender Überlegung: Die "Verbrennungszone", besser gesagt, die Zerfallsszone, d.h. die Dicke der Wellenfront, innerhalb deren der C_2H_2 -Zerfall eintritt, ist sicher in der

Größenordnung von 0,01 cm. (Vereinfachte Annahme: parabolische Form der Wellenfront, keine Turbulenz!) Die Temperatur betrage 2000° C; die Geschwindigkeit mit der die Zerfallszone an der Wand entlangläuft, sei zu 100 cm/sec. angenommen. Dann wird 10^{-2} cm in

$$t = \frac{10^{-2}}{100} = 1 \cdot 10^{-4} \text{ sec.}$$

durchlaufen. Während dieser sehr kurzen Zeit ist die Wand der Temperatur von 2000° ausgesetzt. Selbst wenn man eine sehr hohe Wärmeübergangszahl zwischen Gas und Metall (bei 2000° !) annimmt, ist es klar, daß die durch Leitung in das Rohr eindringende Wärme nur in einer äußerst dünnen Schicht eine nennenswerte Temperaturerhöhung bewirken kann. Ein unendlich dünnes Rohr würde natürlich augenblicklich auf 2000° erwärmt; mit wachsender Dicke fällt aber die Temperatur nach außen sehr schnell ab, so daß es praktisch keinen Sinn hat, über eine gewisse Wandstärke hinauszugehen.

Folgende Überlegung bestätigt das: die Wärmekapazität des Wandmaterials ist in der Größenordnung mindestens 10^3 mal größer als die eines Gases von Atmosphärendruck. Wasserwert von 1 ccm Eisen: $7,8 \cdot 0,11 = 0,86$. Wasserwert von $1 \text{ cm}^3 \text{ H}_2$ bei $100^{\circ} = 0,00007$ also nur etwa $\frac{1}{10000}$ von dem des Eisens. Infolgedessen würde bei gleicher Eindringtiefe, d.h. Abkühlung in das Gas hinein und Erwärmung in das Rohrmaterial hinein, die Temperaturerhöhung des Rohres nur etwa $1/10000$ von der Abkühlung des Gases betragen, also verschwindend gering sein. Daß das Rohr nach dem Zerfallsdurchschlag warm wird, rührt natürlich ganz überwiegend daher, daß es mit glühendem Wasserstoff und glühendem Ruß angefüllt ist, umso mehr, je höher der Fülldruck war. Bei einem Rohr von $\frac{1}{2}$ l.W., 2 mm Wandstärke und 60 m Länge berechnet sich die maximale Temperaturerhöhung des Rohres, die allerdings wegen des heißen Wasserstoffes und des glühenden Rußes nicht erreicht wird, wie folgt:

$$\text{Gasraum: } 1,25^2 \cdot \frac{\pi}{4} \cdot 6000 = 7360 \text{ cm}^3$$

Füllung bei 8 ata, $+15^{\circ}$ C;

$$7360 \cdot 0,001078 \cdot 8 = 63,5 \text{ g C}_2\text{H}_2$$

150000093

- 5 -

Gewicht des Eisens: $(1,65^2 - 1,25^2) \frac{\pi}{4} \cdot 6000 \cdot 7,8 = 42600 \text{ g}$

Wasserwert: $42600 \cdot 0,11 = 4690$

Zerfallswärme von 1 Mol. $C_2H_2 = 58000 \text{ cal/26 g}$

Beim Zerfall von 63,5 g werden frei: $\frac{63,5}{26} \cdot 58000 = 141500 \text{ cal.}$

Temperaturerhöhung des Rohres (H_2 und Ruß nicht berücksichtigt): $\frac{141500}{4690} = 30,2^\circ$.

Diese Temperaturerhöhung wird wegen des angegebenen Grundes nicht ganz erreicht. Es ist verständlich, daß das Rohr nach dem Versuche nur handwarm sein kann.

Wir versuchen jetzt eine ungefähre Abschätzung für die Wärmeab-
leitung an die Wand bei der Zerfallsfortpflanzung im Rohr, d.h.
für die abkühlende Wirkung der kalten Rohrwand auf die "Zerfalls-
zone". Dabei machen wir folgende Vereinfachungen, die sich in
Anbetracht der verwickelten Verhältnisse rechtfertigen:

Wir nehmen die Wärmeübertragung von dem ruhend gedachten Gas an die
Wand innerhalb der "Zerfallszone" lediglich durch Wärmeleitung
herrührend an. Die Temperaturleitfähigkeit "k" des heißen Gases
(H_2 !) ist sehr stark temperaturabhängig. Es ist $k = \frac{\lambda}{c \cdot s}$, wo λ
die Wärmeleitfähigkeit, c die mittlere spezifische Wärme und s
dessen spez. Gewicht bedeutet. Wir nehmen für k einen Mittelwert
aus dem Temperaturbereich: Flammentemperatur-Wandtemperatur an.
Für heiße Brenngase wird k nicht unter $1 \frac{\text{cm}^2}{\text{sec}}$ liegen. (Für heißen
Wasserstoff liegt k beträchtlich über 1!). t sei die Zeit in
Sekunden, in der die etwa δ cm dicke Zerfallszone an einer Stelle
der Wand vorbeiläuft; schreitet der Zerfall mit der Geschwindig-
keit $v \frac{\text{cm}}{\text{sec}}$ in das Unzersetzte hinein, so ist

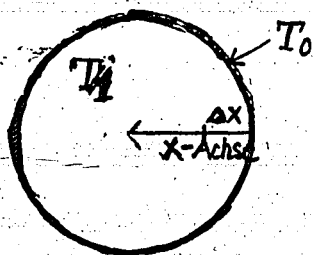
$$1) \quad t = \frac{\delta}{v} \text{ sec.}$$

Ferner sei die Abkühlungszone, also die Entfernung Rohrwand-Ende
der Abkühlung im Gas, d.h. die "Eindringtiefe" der Abkühlung klein
gegenüber dem Rohrdurchmesser. Über die Wärmeübergangszahl
zwischen Gas und Wand seien keine weiteren Voraussetzungen gemacht.

-6-

- 6 -

Es bedeutet: T_0 die Wandtemperatur zur Zeit $t = 0$, also vor Berührung mit der heißen Flamme; T_0 muß als konstant angesehen werden; T_1 sei die Temperatur des heißen Gases innerhalb der Zerfallzone; da wir wissen wollen, wie weit die Abkühlung von der kalten Wand her in den Gasraum eindringt, wählen wir als positive x -Achse die Richtung der Normalen von der Wand in das Gas hinein:



Dann können wir die Temperaturverteilung zwischen T_0 und T_1 in der klassischen Form ansetzen:

$$2) \quad T = T_0 + (T_1 - T_0) \cdot \Psi \left(\frac{x}{2\sqrt{kt}} \right)$$

Hierin bedeutet x die Eindringtiefe der Abkühlung (in der Zeichnung also Δx).

Das Funktionszeichen Ψ bedeutet das Gaußsche Fehlerintegral:

$$3) \quad \Psi(\xi) = \frac{2}{\sqrt{\pi}} \int_0^{\xi} e^{-\eta^2} d\eta$$

Hierin ist in unserem Falle statt des Argumentes η der Ausdruck $\frac{x}{2\sqrt{k \cdot t}}$ zu setzen. Den Wert des Integrals für verschiedene Argumente kann man z.B. den Funktionentafeln von Jahnke und Emde entnehmen.

Nehmen wir an, die Abkühlung des Gases zur Rohrwand hin beträgt 10% von $(T_1 - T_0)$, also bei $T_1 = 2000^\circ$ und $T_0 = 30^\circ$ etwa $\frac{2000-30}{10} = 197^\circ$. Dann muß der Faktor $\Psi \left(\frac{x}{2\sqrt{kt}} \right)$ in Gl. 3

$1 - 0,1 = 0,9$ betragen. Aus den Tabellen entnimmt man für den Funktionswert 0,9 das Argument 1,16.

Es ist also

$$4) \quad \frac{x}{2\sqrt{k \cdot t}} = 1,16.$$

Wir hatten $t = \frac{d}{v} = \frac{0,01}{100} = 1 \cdot 10^{-4}$ sec angenommen.

Eine rohe Abschätzung von k für Wasserstoff von 1000° liefert folgenden Wert:

$$c_p = 3,71 \text{ cal/g} \cdot \text{Grad} (1000^{\circ} \text{ C; 1 ata})$$

$1 \text{ cm}^3 \text{ H}_2$ wiegt bei 1000° C und 760 mm Hg :

$$89,9 \cdot \frac{273}{1273} \cdot 10^{-6} = 19,3 \cdot 10^{-6} \text{ g.}$$

Die Wärmeleitfähigkeit λ des H_2 beträgt bei 300° :

$$708 \cdot 10^{-6} \frac{\text{cal}}{\text{cm} \cdot \text{sec} \cdot \text{Grad}}; \text{ bei } 1000^{\circ} \text{ ist sie unbekannt;}$$

wir nehmen sie zu $800 \cdot 10^{-6} \frac{\text{cal}}{\text{cm} \cdot \text{sec} \cdot \text{Grad}}$ an.

Damit wird:

$$5) \quad k = \frac{800 \cdot 10^{-6}}{3,71 \cdot 19,3 \cdot 10^{-6}} = 11,2 \frac{\text{cm}^2}{\text{sec.}}$$

Diese Werte für t und k in Gl. 4) eingesetzt ergibt:

$$x = 1,16 \cdot 2 \cdot \sqrt{11,2 \cdot 10^{-4}} = 0,0777 \text{ cm} = 0,78 \text{ mm.}$$

Diese Abkühlung von etwa 200° dringt also von der Wand aus gerechnet, noch nicht 1 mm tief in die Zerfallzone ein. Bei gleicher Eindringtiefe in die Rohrwand betrüge deren Temperaturerhöhung (in $1 \cdot 10^{-4}$ sec) viel weniger als 1° .

Nehmen wir als Abkühlung nicht 10 % sondern 50 % an (also etwa von 2000 auf 1000°), so ist

$$\psi \left(\frac{x}{2\sqrt{kt}} \right) = 0,5 \text{ und } \frac{x}{2\sqrt{kt}} = 0,477.$$

Damit wird

$$x = 0,477 \cdot 2 \cdot \sqrt{11,2 \cdot 10^{-4}} = 0,036 \text{ cm} = 0,36 \text{ mm}$$

Eine solch starke Abkühlung ist also nur in einer verschwindend dünnen Gasschicht unmittelbar an der Wand möglich.

Bei der gewählten Strömungsgeschwindigkeit des Gases von $100 \frac{\text{cm}}{\text{sec}}$ kann also die Rohrwand den Zerfall unmöglich abstoppen.

Es ist aus unseren Versuchen (auch aus denen anderer Autoren) bekannt, daß die Zerfallsgeschwindigkeit sehr stark von der Stärke der Zündung abhängig ist. Auf enge Rohre angewandt: Mit einer starken Initialzündung kann man einen durchlaufenden Zerfall im Rohre erzwingen, während das mit milderer Zündarten nicht mehr möglich ist. Die Ursache liegt in der verschiedenen großen Geschwindigkeit, mit welcher der Zerfall in Abhängigkeit von der Zündstärke ins Rohr hineingetrieben wird. Je kleiner die Geschwindigkeit, umso größer der Einfluß der Rohrwand.

Wir wollen das obige Beispiel (vgl. Gl. 4) statt mit der dort angenommenen Zerfallsgeschwindigkeit von $v = 100 \frac{\text{cm}}{\text{sec}}$ einmal mit $v = \frac{1 \text{ cm}}{\text{sec}}$ durchrechnen. Die Abkühlung betrage wieder 10%. Dann ist wieder

$$4) \frac{x}{2\sqrt{k \cdot t}} = 1,16.$$

t ist aber jetzt

$$\frac{10^{-2}}{1} = 1 \cdot 10^{-2} \frac{\text{cm}}{\text{sec.}}$$

Damit wird die Eindringtiefe

$$x = 1,16 \cdot 2 \cdot \sqrt{11,2 \cdot 10^{-2}} = 0,777 \text{ cm} = 7,8 \text{ mm}$$

Wir sehen, daß hier die Eindringtiefe schon beträchtlich wird. Daraus ergibt sich die bekannte Tatsache, daß in sehr engen Rohren (wenige mm und weniger) keine durchschlagende Explosion mehr möglich ist.

Folgerungen:

Unsere theoretischen Überlegungen zeigen, obschon ihre Grundlagen auf zum Teil unsicheren Schätzungen und Vereinfachungen beruhen,

daß sich ein abkühlender Einfluß der Rohrwand auf die vorbeistreichende schmale Zerfallsszone nur bei sehr geringen Strömungsgeschwindigkeiten stärker bemerkbar machen kann. Das deckt sich völlig mit unseren experimentellen Ergebnissen:

- 1) In engen Rohren ($\frac{1}{2}$ " und 10 mm l.W.) kam der Zerfall entweder gleich im Rohranfang (etwa 1 - 2 m) zum Stehen, oder aber er schlug durch die 60 m langen Rohre durch (ohne daß es jedoch zur Ausbildung einer Detonationswelle kam.)
- 2) Bei gleichem Rohrdurchmesser, Rohrlänge und Fülldruck nahm bei Rohrdurchschlägen die Stärke des am Rohrende gemessenen Explosionsdruckes ab, wenn an Stelle des durchschmelzenden Platindrahtes ein nachglühendes Drahtfilter die Entzündungsursache war. (Geringer Fülldruck, keine Detonation!).
- 3) Es hat keinen Sinn, die Stärke der Rohrwand zu hoch zu wählen; denn die Verweilzeit der Zerfallsszone an einer Rohrstelle beträgt etwa 0,01 Sekunde und weniger. In dieser Zeit geht nur eine sehr geringe Wärmemenge vom Gas auf die Rohrwand über. Trotzdem sollte man für einen guten Wärmeübergang sorgen, da ja bei langsamer Zerfallsgeschwindigkeit, wie die Versuche zeigen, die durch die Wand der langsam vorbeigleitenden Zerfallsszone entzogene Wärmemenge schließlich so groß wird, daß entweder die Zündtemperatur des Acetylens (etwa 400°) unterschritten wird und der Zerfall damit aufhört, oder aber wenigstens die Zerfallsgeschwindigkeit klein gehalten wird, sodaß es nicht zur Ausbildung einer Detonationswelle kommt. Unsere Versuche in Griesheim zeigen ganz eindeutig, wie die Durchschlagssicherheit der Rohrbündel mit jedem Versuch schlechter wurde, weil es nicht möglich war, die Rohre völlig rußfrei zu machen. Unsere demnächstigen Versuche in Griesheim mit langen, dünnen Rohren verschiedener Wandstärken sollen die aufgeworfene Frage nach der vorteilhaftesten Wandstärke auch experimentell klären.

4) Es ist vorteilhaft, das Verhältnis

$$\frac{\text{Metalloberfläche}}{\text{Gasmenge}}$$

möglichst groß zu wählen, also möglichst enge Rohre zu nehmen, die aber dünnwandig sein können. Hier setzen aber der Strömungswiderstand und die Schwierigkeit, die Rohre nach einem Durchschlag zu reinigen, eine Grenze.

Abschließend sei noch aus W. Jost, Explosions- und Verbrennungsvorgänge in Gasen, Berlin 1939, (dessen Gedankengängen wir verschiedentlich gefolgt sind), Folgendes angeführt: "Da es weiter nur auf die Wärmeableitung zur Wand in der kurzen Zeit, während die Brennzone an einer Stelle vorbeistreicht, ankommt, so wird dabei niemals die Wand sehr stark erwärmt werden; infolgedessen kann für die Beeinflussung der Flamme Wärmekapazität und Wärmeleitfähigkeit der Wand nur eine untergeordnete Rolle spielen. (S. 99 - 100) (Jost hält die Abkühlung durch das kalte, unzersetzte Gas für wirksamer, als diejenige durch die Wand.)"

Experiment und Rechnung zeigen, daß das für normale Zerfallsgeschwindigkeiten zutrifft. Nur für sehr kleine Geschwindigkeiten gewinnen Wärmekapazität und Wärmevermögen der Rohrwand starken Einfluß.

W. Jost

160000099

6

2077-16

30/4.05

Acetylenzerfallsversuche in Griesheim

Bericht des Herrn Dr. Weißweiler v. 10.6.41

160000100

I.G. Farbenindustrie A.-G.
Zwipro-Abteilung
Physikalischer Betrieb Lu 241.

Ludwigshafen/Rh., den 10.6.41/H.

Acetylenzerfallsversuche in Griesheim.
(Vorläufiger Bericht).

Zusammenfassung.

Es wird über Versuche berichtet, die dazu dienten, an weiten, sehr langen Rohren Sicherheitseinrichtungen zu erproben, die bei einem auftretenden Acetylenzerfall die Ausbildung von Detonationswellen mit ihren verheerenden Wirkungen sicher verhindern. Es wurde gefunden, daß eine Kombination von Drahtfiltersätzen und Bündeln aus engen Rohren einen hinreichenden Schutz gewähren. Eine Auslegung der Butadienapparatur für den Nenndruck 100 atü ist ausreichend.

Einige noch beabsichtigte Versuche werden kurz erwähnt.

Dieser Bericht umfaßt die in der Zeit vom 12. März bis 31. Mai 1941 auf dem Gelände von Griesheim, Werk Autogen, gemeinsam mit Herrn Dipl. Ing. Schnedler durchgeführten Versuche, die eine grundsätzliche Klärung der für lange Rohrleitungen bis zu 200 mm l.W. erforderlichen Sicherheitsmaßnahmen gegen den Acetylenzerfall bzw. zur Abmilderung der Folgen eines solchen erbrachten.

Im Gegensatz zu den früher in Ludwigshafen angestellten Versuchen, bei denen die maximale Rohrlänge 5,5 m bei 120 mm l.W. betrug, und bei denen, von einer einzigen Ausnahme abgesehen (besondere Versuchsbedingungen!) auch bis 7 atü Fülldruck keinerlei Detonationserscheinungen festgestellt werden konnten, hatte die C.T.R. im Herbst 1940 in ihren Griesheimer Versuchen gefunden, daß in 30 m langen, weiten Rohren schon bei sehr geringem Fülldruck (< 1 atü) heftige Detonationen auftreten. Die Zündung erfolgte bei diesen Versuchen, genau wie in Ludwigshafen, durch durchschmelzende Platindrähte. Die Drucke wurden durchweg durch sog. Druckmeßapparate (in den Verschlußdeckeln) bzw. "Meßleier" (am Boden der Rohre, am Rohranfang und -ende) gemessen: Kupferzylinder, in die durch den Explosionsdruck eine Stahlhalbkugel mehr oder weniger tief eingedrückt wird. Die Ausmessung des Kalottenhalbmessers mit dem Meßmikroskop ergibt an Hand einer Eichkurve den Explosionsdruck. In einzelnen Fällen wurden die Drucke auch mit Piezoquarz und Kathodenstrahloszillograph gemessen. (In Ludwigshafen wurden die Drucke nur auf diese letzte Weise ermittelt.) Hierzu sei Folgendes bemerkt: Nach unseren neuesten Versuchen stimmen die nach beiden Methoden ermittelten Drucke nur bei geringen Drucken einigermaßen überein; bei hohen Drucken - über 100 atü - ergibt die Stauchmethode das 2 bis 4fache der mittels Piezoquarzes ermittelten Werte. Mit Herrn Prof. Dr. Rimarski von der C.T.R. halten auch wir die Druckmessung mittels Piezoquarz und Oszillograp für das bislang beste Druckmeßverfahren und geben die in der Anlage aufgeführten, nach der Stauchmethode ermittelten höheren Explosionsdrücke nach dem Vorgang der C.T.R. mit dem Faktor 0,5 wieder (schreiben also $\frac{p}{2}$).

Als Sicherheitselement hatten sich bei den Ludwigshafener Versuchen Drahtfilter (Drahtschwämme, Drahtgewirre) der Firma Anselm-Schmück-Wünsch, Weißenburg/Bay., gut bewährt. Sie fangen bei entsprechender Schichtdicke, die nach dem Betriebsdruck und der Anlaufstrecke, d.h. dem Abstand des Filters von der Zündquelle bemessen werden muß, die Explosion ganz oder doch für längere Zeit auf.

Nach den Versuchen der C.T.R. ist in engen Rohren bei nicht zu hohem Anfangsdruck die Möglichkeit der Ausbildung einer Detonationswelle auch bei großer Rohrlänge sehr herabgesetzt. Der Flamme wird durch das enge Rohr in kurzer Zeit soviel Wärme entzogen, daß sie entweder ganz zum Erlöschen kommt, oder aber soviel Energie verliert, daß sich keine Detonationswelle mehr ausbilden kann.

Aus dieser Tatsache entsprang zwangsläufig der Gedanke, lange Strecken weiter Rohre durch ein Bündel enger Rohre, etwa von $\frac{1}{2}$ " l.W. oder weniger, auszufüllen, und hierdurch die Ausbildung einer Detonationswelle zu verhindern.

Die Versuche, über die hier berichtet wird, sollten folgende Fragen klären:

1) Wie hoch kann man in engen Rohren von $\frac{1}{2}$ " bzw. 10 mm l.W. und großer Länge (30 bzw. 60 m) mit dem Anfangsdruck gehen, um die Explosion zum Erlöschen zu bringen, bzw. bei Durchschlag wenigstens eine Detonation zu vermeiden? (Versuche Nr. 24 mit 29; 40 mit 46).

Als Sonderversuch gelten Vers.Nr. 22 u. 23; vor ein 30 m langes 1"-Rohr bzw. 60 m $\frac{1}{2}$ "-Rohr war ein großes Anfangsvolumen geschaltet; ein 2 m langes Rohr von 200 mm l.W.

2) Wie bewähren sich die Drahtfiltereinsätze im Rohr von 200 mm l.W. und 30 m Länge? (Vers. Nr. 19 mit 21).

3) Wie bewährt sich das in ein weites Rohr eingeführte Bündel aus Röhren von $\frac{1}{2}$ " (Vers. Nr. 1 mit 18; 36 mit 39)? Bei welchen Anfangsdrücken erfolgt kein Durchschlag? Wie hoch wird der Enddruck bei Durchschlägen?

4) Wie wirkt ein vor das Rohrbündel gesetztes Drahtfilter bei Anfangsdrücken, bei denen das Rohrbündel erfahrungsgemäß durchschlagen wird, auf den Enddruck? (Vers. Nr. 30, 31, 32).

Zu diesen 4 Punkten sei zur Erläuterung Folgendes gesagt:

Zu 1) Zündung wie üblich, durchbrennender 0,3 mm Pt-Draht. Druckmessung am Rohrende mit Stauchapparat. Bei Vers. 24: ($\frac{1}{2}$ " Fülldruck 5,1 atü; erst nach etwa 5 Minuten wurde das Rohrende handwarm; Druckanstieg nicht meßbar. Bei den folgenden Versuchen mit 5,1; 5,2 und 6,8 atü war hingegen kein Durchschlag festzustellen. Bei 7,5 und 8 atü Fülldruck erfolgte Durchschlag, doch langsam und ohne hörbaren Knall. Das Meßei ergab Drücke von $\frac{200}{2}$ bzw. $\frac{315}{2}$ atü.

Vers. 45 u. 46: das 60 m lange $\frac{1}{2}$ "-Rohr wurde in Schlangenlinien gekrümmt; das hatte keinen praktischen Erfolg, denn bei 7,5 und 7,0 atü Fülldruck erfolgten Durchschläge mit $\frac{218}{2}$ bzw. $\frac{181}{2}$ atü.

Vers. 40 mit 44: Es wurde ein 60 m langes Rohr von 10 mm l.W. untersucht. Das Rohr war schlangenförmig gekrümmt und bei Vers. 43 und 44 in ein Wasserbad gelegt (bessere Wärmeabfuhr). Die Fülldrucke wurden zwischen 8,5 und 10 atü variiert, es erfolgte durchgehender Zerfall; die Enddrucke lagen bei diesen letzteren Versuchen zwischen $\frac{153}{2}$ und $\frac{218}{2}$ atü. Das Wasserbad ist wider Erwarten praktisch wirkungslos. Bei allen Versuchen in den langen engen Rohren trat jedoch niemals Detonation auf.

Da ein großes Anlaufvolumen auch in engen Rohrleitungen nach Rimarski die Ausbildung einer Detonation begünstigt, wurden die Vers. 22 und 23 eingeschoben. Bei dem 30 m langen Rohr von 1" l.W. (in Schlangenlinien gekrümmt) erfolgte bereits bei 2 atü Fülldruck durchgehender Zerfall; Enddruck etwa $\frac{152}{2}$ atü. Bei dem 60 m langen Rohr von $\frac{1}{2}$ " l.W., das U-förmig ausgelegt war, erfolgte bei 3,2 atü durchgehender Zerfall; Enddruck etwa $\frac{141}{2}$ atü. In beiden Fällen wurden die Rohrenden

nur handwarm. Wenn auch der Enddruck etwa das 25 bzw. 17fache des Fülldruckes erreicht, so kann von einer Detonation doch keine Rede sein.

Zu 2) Die Filtereinsätze wurden in Vers. Nr. 19, 20, 21 untersucht. Rohrweite: 200mm; Rohrlänge 30 m; Anlaufstrecke zwischen Zünddraht und Filter: 30 cm (Vorschlag Rimarskis). Die Filter waren aus etwas dünneren Drähten gewickelt, als es bei den in Ludwigshafen benutzten Filtern der Fall gewesen war. Bei 5 Filtern und 3 atü Fülldruck erfolgte kein Durchschlag ins Rohr; bei 5 Filtern und 4 atü Fülldruck erfolgte etwa 15 Minuten nach der Zündung ein Durchschlag mit Detonation; das Rohrende wurde völlig zerstört (vgl. Lichtbild!). Leider wurde dabei ein Arbeiter verletzt und der in der Nähe aufgestellte Oszillograph zerstört.

Nach Wiederherstellung des Rohres wurde derselbe Versuch mit einem Einsatz von 8 Filtern bei 4 atü Fülldruck wiederholt. Auch hier erfolgte ein Durchschlag nach etwa 20 Minuten mit nachfolgender Detonation und Zerstörung des Rohrendes.

Die Versuche mit Filtereinsätzen wurden daraufhin abgebrochen.

Es ergibt sich in bezug auf die Filter folgende Erkenntnis: Richtig angepaßte Filter halten die Explosion sicher ganz oder für eine Zeitlang auf; doch bieten sie keine absolute Sicherheit, da die auf das Filter auftreffende sehr hohe Zerfallstemperatur das Filter so stark erhitzt, daß der Acetylenzerfall sich langsam durch das Filter durchfressen kann. In Ludwigshafen wurde das nachträgliche Durchschlagen des Filters nicht beobachtet, jedenfalls deshalb nicht, weil bei jedem Versuch wenige Minuten nach der Zündung das Gas entspannt wurde.

zu 3) Ausgedehnte Versuche wurden mit Rohrbündeln gemacht; sie haben an sich gegenüber dem Drahtfilter den Vorteil des geringeren Strömungswiderstandes. Es stand zur Verfügung ein 30 m langes Rohr von 100 mm l. W., in das ein Rohrbündel, bestehend aus 13 1/2"-Rohren und 6 3/8"-Rohren eingeführt war. Am Anfang und Ende des Rohres blieb je ein Raum von 30 cm Länge frei.

Die Versuche ergaben Folgendes: bei 1, 2, 3, 3,4 atü: kein Durchschlag. Bei höheren Fülldrucken erfolgte Durchschlag; doch waren die Enddrücke sehr mäßig. Durch die Rußablagerung zwischen den engen Rohren, die wir auch durch stärkstes Ausblasen nicht restlos beseitigen konnten, verschlechterte sich die gute Wirksamkeit der Vorrichtung, so daß, wie Vers. Nr. 11 mit 18 zeigen, schließlich sogar bei 2,1 atü Fülldruck durchgehender Zerfall erfolgt. Die Enddrücke ließen sich wegen ihrer Geringfügigkeit nicht messen; es war ein langsames Abbrennen ohne schnellen Druckanstieg, das man mit dem an das Rohr angelegten Ohr wegen des auftretenden fortschreitenden Rauschens deutlich verfolgen konnte.

Nach einer Überholung der Vorrichtung nebst bestmöglicher Reinigung des Röhrenbündels wurden bei Vers. Nr. 37, 38, 39 die Enddrücke oszillographisch gemessen. Sie ergaben bei 4 atü Fülldruck einen Druckanstieg von 76 atü; bei 5 atü: etwa 95 atü und bei 7 atü: 126 atü. (Der Quarzgeber war neben dem "Druckmeßapparat" in den Deckel am Rohrende eingebaut).

zu 4) Bei den Vers. Nr. 30, 31 und 32 war vor das Rohrbündel ein Drahtfilter eingebaut. Hier konnte leider wegen des mit Verzögerung erfolgenden Filterdurchschlages nicht mit dem Piezoquarz gemessen werden; doch zeigen auch die aus den Stauchungen ermittelten Enddrücke deutlich, daß diese niedriger liegen, als es bei den entsprechenden Versuchen ohne Filter der Fall ist. Das rührt daher, daß die durch das glühende Filter eingeleitete Zündung wesentlich milder ist, als die außerordentlich wirksame Initialzündung durch den glühenden Platindraht.

Folgerungen aus den Versuchsergebnissen:

Die bisherigen Ergebnisse lassen bereits ganz klar erkennen, wie Acetylenapparaturen, die mit Fülldrucken bis etwa 7,5 atü arbeiten, gegen das Auftreten von Detonationen gesichert werden können. Dabei sei ausdrücklich bemerkt, daß unsere Griesheimer Versuche unter ab-

sichtlich ungünstigen Bedingungen ausgeführt wurden: es wurde mit trockenem, reinem Acetylen und bei Temperaturen zwischen 0° und 20° gearbeitet; als Zündquelle diente eine sehr wirksame Initialzündung. Demgegenüber liegen beim Reppe-Verfahren die Verhältnisse wesentlich günstiger: Zunächst wird bei Temperaturen von etwa 130° C gearbeitet. Das hat zur Folge, daß bei gleichem Fülldruck die Gasmenge im Reaktionsraum im Verhältnis von etwa $\frac{283}{403}$, also etwa von 1 : 1,4 geringer ist, was sich gegebenenfalls in einem schwächeren Explosionsdruck auswirkt. In den gasführenden kalten Teilen fällt natürlich dieses mildernde Moment fort. Ferner arbeitet das Verfahren mit starkem Wasserdampfgehalt (etwa 1-2ata); auch das wirkt sich gegebenenfalls in einer Herabsetzung des Explosionsdruckes aus. ^{Weiterhin} Ferner ist anzunehmen, daß auch im ungünstigsten Fall das Auftreten einer Zündursache, die gleich wirksam wie die von uns angewandte ist, in höchstem Maße unwahrscheinlich ist.

Alles in allem können wir sagen, daß alles, was wir bei unseren Versuchen als vorteilhaft für die Verhinderung einer Detonation erkannt haben, sich doppelt vorteilhaft bei den Betriebsverhältnissen des Reppe-Verfahrens auswirken wird.

Als Sicherungsmaßnahmen schlagen wir vor:

- 1) Einbau von Drahtfiltern an den Stellen, an denen ein einmal eingetretener Gaszerfall von einem kleineren Raum in lange Rohrleitungen übertreten kann, also etwa zwischen Reaktionskammer und Gaszuleitungsrohr; zwischen Gebläse und Gasrohr. Wir empfehlen den Einbau eines Thermoelements bzw. Widerstandsthermometers in die dem Reaktionsraum bzw. Gebläse zugewandte Seite des Filtersatzes; da der Durchschlag durch den Filterpack erst nach einer gewissen Zeit erfolgt, läßt sich diese Temperaturmeßstelle mit einer Alarmeinrichtung versehen, durch die gleichzeitig ein Ventil betätigt werden kann, durch das in die Apparatur Stickstoff von 15 bis 20 atü oder höher eingelassen wird, unter gleichzeitiger Absperrung gegen die Frischgaszufuhr hin. (Vorschlag Dr. Trieschmanns).

- 2) ~~Lange, weite Rohrleitungen sind mit Rohrbündeln auszulegen;~~
Lichte Weite dieser engen Rohre nicht über $\frac{1}{2}$ ". Da jeder Ruß-
ansatz die Wirksamkeit dieser engen Rohre herabsetzt, so sind
möglichst nahtlos gezogene, glatte Rohre zu verwenden; auf
möglichste Reinhaltung dieser Bündel ist zu achten.
- 3) Da nach unseren Versuchen Rohrkrümmer nicht merklich explosions-
schwächend wirken, sind sie mit Raschigringen auszufüllen, um
möglichst viele kleine Gasräume zu schaffen.

Gleichfalls sind nach betrieblicher Möglichkeit tote Räume mit
Raschigringen auszufüllen.

Nach den vorliegenden Versuchen sind, unter Einbau vorgenannter
Sicherungen, Rohre von Nenndruck 100 atü durchaus ausreichend.

Da die Wirkung der Filter wie auch der engen Rohre auf einem
möglichst energischen Entzug der durch den Zerfall auftretenden
hohen Gaswärme beruht, sollten diese Sicherheitselemente eine
gute Wärmeleitfähigkeit, verbunden mit einer hohen spezifischen
Wärme, also einem hohen Wasserwert, besitzen. Aus dieser Über-
legung heraus wollen wir, sobald das Material zur Stelle ist,
die bisher benutzten $\frac{1}{2}$ "-Rohre von der Wandstärke 2 mm durch
solche geringerer Wandstärke ersetzen. Ferner sind Versuche mit
Rohrbündeln aus Rohren von 10 mm I.W. in Vorbereitung.

Endlich ist beabsichtigt, in Griesheim ein naturgetreues Modell
der Rohrleitungsanlage der Butadienapparatur aufzubauen und an
diesem die vorgeschlagenen Sicherheitselemente auszuprobieren.

Weißweiler.

160000108

Tag 1941	lfd. Vers. Nr.	N.-W. mm	Sicherung	Luft- temp. ° C.	Barom. mm Hg.	Füll- druck atü	Druck- anstieg atü	Strom- stärke Amp.	Druckmeßapparat (atü)		Meßleiter (atü)						Bemerkungen
									an der Zündstelle	entgegen- gesetzt zur Zündstelle	an der Zündstelle			entgegengesetzt zur Zündstelle			
											Nr. 13	Nr. 17	Nr. 21	Nr. 26	Nr. 28	Nr. 30	
12.3.	1	100	Röhren- bündel	+6,5°	759	1,0 (750) mm	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	Kein Durchschlag
12.3.	2	"	"	"	"	2,0	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	"
12.3.	3	"	"	2,5	"	3,0	3	24,5	-	-	-	-	-	-	-	-	"
13.3.	4	"	"	3	"	4,0	4,8	23,5	29	$\frac{120}{2}$	-	-	-	-	-	70	Durchschlag
13.3.	5	"	"	7	"	5,0	6	"	61	$\frac{238}{2}$	55	43	39	96	98	96	"
13.3.	6	"	"	8,5	"	3,4	3,4	24	-	-	-	-	-	-	-	-	Kein Durchschlag
14.3.	7	"	"	4	760	3,8	-	23,5	-	-	-	-	-	41	22	-	Durchschlag
14.3.	8	"	"	6	"	6,0	7	24	61	$\frac{273}{2}$	64	61	58	136	103	111	"
14.3.	9	"	"	9	"	3,6	3,8	"	24	27	27	29	17	19	19	23	"
14.3.	10	"	"	10	"	3,5	3,5	"	-	-	-	-	-	-	-	-	Zündung am entgegengesetzten Rohrende Durchschlag
15.3.	11	"	"	5,5	-	3,4	3,4	23,5	9	-	-	-	-	-	-	-	Zündung am " " Durchschlag nach etwa 2 Minuten !
15.3.	12	"	"	"	-	3,3	3,2	21	-	-	-	-	-	-	-	-	Langsamer Zerfall im ganzen Rohr.
15.3.	13	"	"	8	-	3,2	3,1	24	-	-	-	-	-	-	-	-	"
17.3.	14	"	"	7,5	-	3,1	3,12	24	-	-	-	-	-	-	-	-	Filtersatz vor u.hinter dem Röhrenbündel. Filter an d. Zündstelle durchschlagen, am Ende nicht; Zerfall im Bündel. (Vorkammer a.d.Zündstelle verlängert)
18.3.	15	"	"	1	763	3,0	2,9	22	-	-	-	-	-	-	-	-	desgl. Nur in Vorkammer Filter; durchschlagen. Rußabscheidung im Röhrenbündel.
18.3.	16	"	"	3	"	2,5	2,35	24,5	-	-	-	-	-	-	-	-	dgl.
18.3.	17	"	"	5,5	"	2,0	2,0	23,5	-	-	-	-	-	-	-	-	Kein Zerfall im Röhrenbündel
18.3.	18	"	"	"	"	2,25	2,1	24	-	-	-	-	-	-	-	-	Leichter Zerfall im "
19.3.	19	200	Filter 5 Stück	5	"	3,0	3,0	25	-	-	-	-	-	-	-	-	Kein Durchschlag (Anlaufstrecke 30 cm)

Meßgerät (atü)

Tag 1941	lfd. Vers. Nr.	N.-W. mm	Sicherung	Luft-temp. ° C.	Barom. mm Hg.	Fülldruck atü	Druck- anstieg atü	Strom- stärke Amp.	Druckmeßapparat (atü)		an der Zündstelle			entgegengesetzt zur Zündstelle			Bemerkungen
									an der Zündstelle	entgegengesetzt zur Zündstelle	Nr. 13	Nr. 17	Nr. 21	Nr. 26	Nr. 28	Nr. 30	
20.3.	20	200	Filter 5 Stück	1	763	4,0		24,5	-	$\frac{250}{2}$	-	-	-	-	-	-	Nach 5 Min. kein Durchschlag; dann langsam entspannt; während des Entspannens nach 15 Min. Detonation Rohrende zerstört.
7.5.	21	"	Filter 8 Stück	8,5	753	"	-	"	52	$\frac{400}{2}$ $\frac{500}{2}$	38	-	-	-	-	-	Nach 20 Min. Durchschlag mit Detonation. Rohrende zerstört.
6.5.	22	$\frac{200}{25}$		10	758	2,0	-	"	-	-	-	-	-	$\frac{152}{2}$	-	-	Durchschlag. Rohrende nur handwarm.
12.5.	23	$\frac{200}{1/2''}$	60 m	16	761	3,2	-	21	-	-	-	-	-	$\frac{143}{2}$	-	-	Durchschlag; Rohrende nur handwarm.
13.5.	24	$\frac{1/2''}{60 m}$		17	"	5,1	-	21,5	-	-	-	-	-	-	-	-	Zerfall kommt erst nach etwa 5 Min. aus Rohrende dieses erst nach 5 Min. handwarm.
13.5.	25	"	"	19	"	5,1	-	20	-	-	-	-	-	-	-	-	Zerfall kommt schon im Rohranfang zum Stehen.
13.5.	26	"	"	20	"	5,2	-	21,5	-	-	-	-	-	-	-	-	" "
14.5.	27	"	"	14	758	6,8	-	20	-	-	-	-	-	-	-	-	" "
14.5.	28	"	"	18	758	8,0	-	19,5	-	-	-	-	-	-	$\frac{158}{2}$	-	Durchschlag; ohne Knall.
14.5.	29	"	"	19	"	7,5	-	21	-	-	-	-	-	-	$\frac{200}{2}$	-	Durchschlag; Zischen.
15.5.	30	100	Rohrbündel $\frac{1}{2}''$ davor 8 Filter	15	752	5,0	-	25,5	-	-	30	-	-	36	35	41,5	Durchschlag durch Filter; Zerfall im Rohrbündel ohne wahrnehmbaren Knall, also langsam. Nach 60 Min. entspannt.
16.5.	31	"	"	8	755	6,5	-	27,5	46	$\frac{187}{2}$	-	-	-	$\frac{234}{2}$	97	110	Durchschlag nach 23. Min. mit dumpfem Knall.
17.5.	32	"	"	9,5	756	7,0	-	24	35	$\frac{248}{2}$	-	-	-	136	130	146	Durchschlag nach 22 Min. Dumpfer Knall. Nach $\frac{1}{2}$ Std. entspannt.
19.5.	33	¹⁰ Zündst.	Ans. an $\frac{1}{2}''$ u. 20 cm lg	19	746	8,1	-	24	-	8	-	-	-	-	-	-	Kein Durchschlag
20.5.	34	"	"	14,5	749	10,0	-	22,5	-	$\frac{178}{2}$	-	-	-	-	-	-	Durchschlag
20.5.	35	"	"	13	"	9,0	11,0	23	-	$\frac{197}{2}$	36	36	-	$\frac{201}{2}$	114	130	"
26.5.	36	100	Rohrb. o/Filter ($\frac{1}{2}''$)	16	747	5,0	5,8	45!	63	$\frac{400}{2}$	36 24	36 17	-	105	57 82	65 88	Durchschlag. Druckmessung mit Piezoquarz im Deckel d. Rohrendes: 76 atü Drucksteigerung.
26.5.	37	"	"	19	"	4,0	4,3	24	60	$\frac{299}{2}$	24 60	17 57	-	115 195	82 140	88 160	dgl. 120 atü.
26.5.	38	"	"	21	748	6,0	7,5	24	76	$\frac{400}{?}$	60	57 46	-	83 195	95 140	76 160	" 120"

160000110

Tag 1941	lfd. Vers. Nr.	N-W. mm	Sicherung	Luft-temp. °C	Barom. mm Hg.	Füll- Druck atü	Druck- anstieg atü	Strom- stärke Amp.	Druckmeßapparat (atü)		Meßeier (atü)						
									an der Zündstelle	entgegenge- setzt zur Zündstelle	an der Zündstelle			entgegengesetzt zur Zündstelle			
											Nr. 13	Nr. 17	Nr. 21	Nr. 26	Nr. 28	Nr. 30	
26.5.	39	100	Rohrbündel ohne Filter (1/2")	16	748	5,0	-	24	59	235	62	46	-	83	95	76	Durchgehender Zerfall. Ozillogramm wurde aufgenommen <i>Piranguars: 95 atü Brücksteigerung</i>
27.	40	10	Schlangen- anordnung	"	"	10	12,6	20	-	-	-	-	-	-	-	191 2	Durchgehender Zerfall
bis 31.5.	41	10	"	17	"	9	10,5	20	-	-	-	-	-	-	-	162 2	" "
	42	10	"	21	"	8,5	9,8	20	-	-	-	-	-	-	-	176 2	" "
	43	"	" i. Wasserbd.	20	747	10,1	11,5	20	-	-	-	-	-	-	-	218 2	Wassertemperatur 13° Durchgehender Zerfall
	44	"	"	"	"	8,5	9	22	-	-	-	-	-	-	-	153 2	Wassertemperatur 14° Durchgehender Zerfall
	45	1/2"	Schlangen- anordnung	21	"	7,5	9	20	-	-	-	-	-	-	-	218 2	Durchgehender Zerfall
	46	1/2"	"	13	748	7,0	8	35	-	-	-	-	-	-	-	181 2	" "

130000111



Rohrdetonation, 25 Minuten nach Zündung.

Versuchsrohr 200 mm ϕ .

20. Versuch am 20.3.41.

Fülldruck 4 atü.

150000112

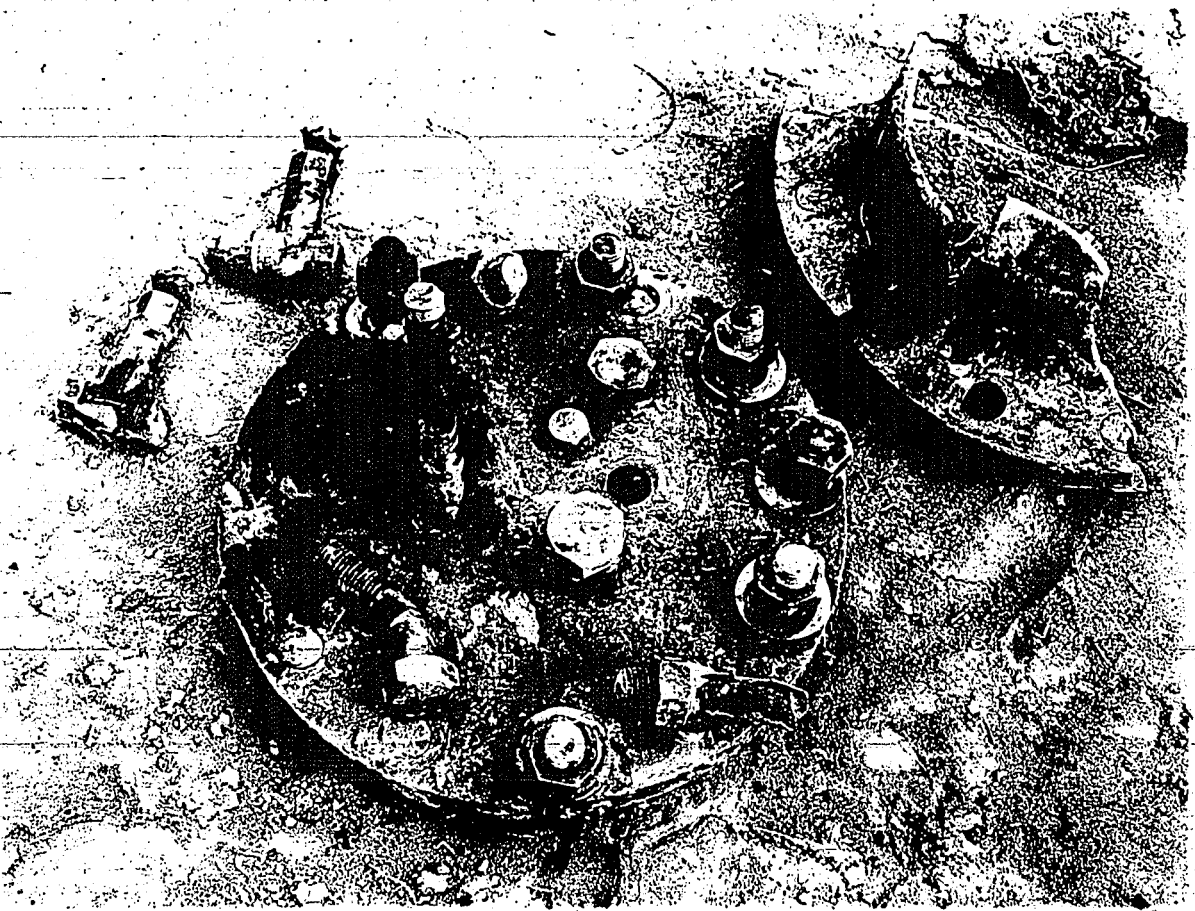


Rohrdetonation.

20. Versuch am 20.3.41.

Versuchsrohr 200 mm \varnothing , Fülldruck 4 atü.

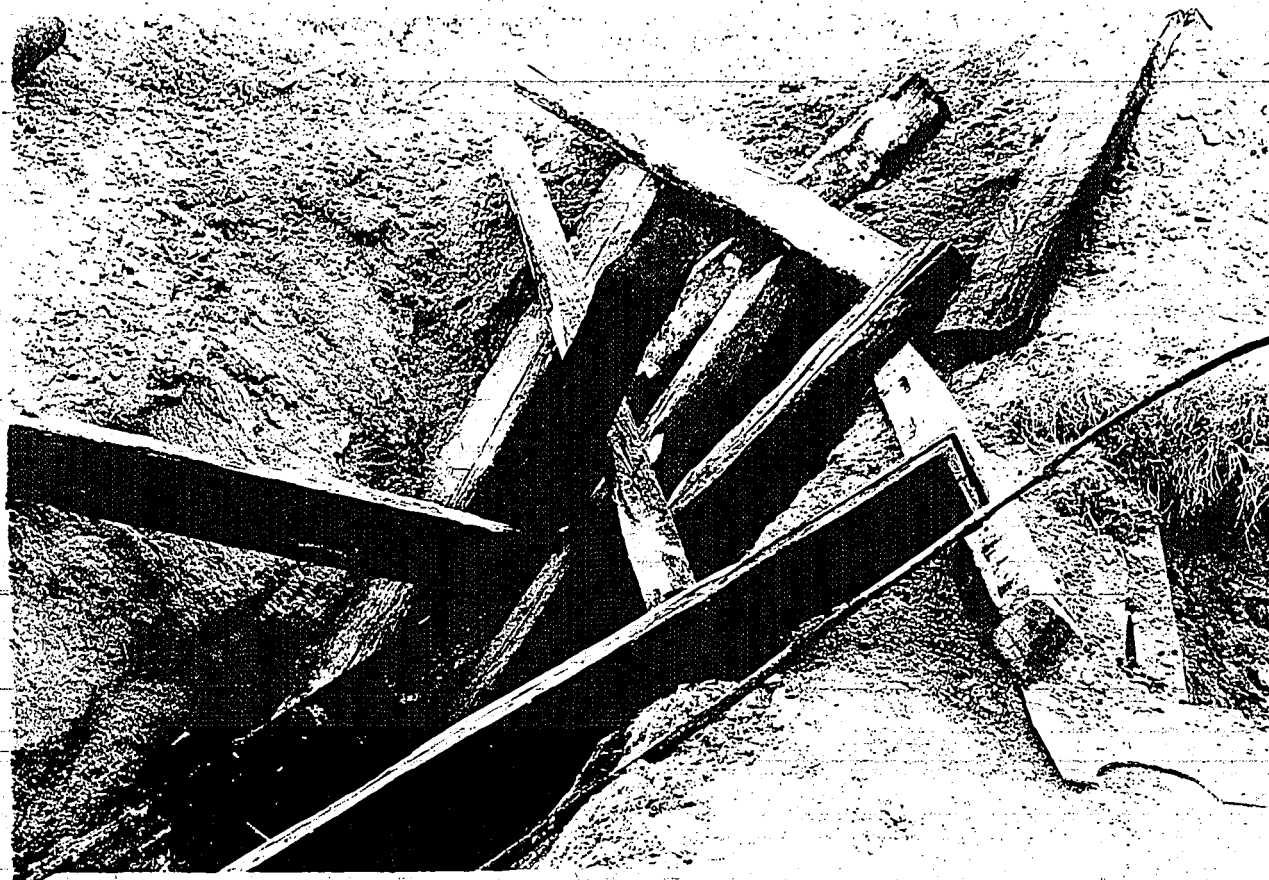
160000113



*Deckelflansch mit abgerissenen Absperrventilen,
abgescherten Deckelbolzen und Teile des Vorschweiß-
flansches.*

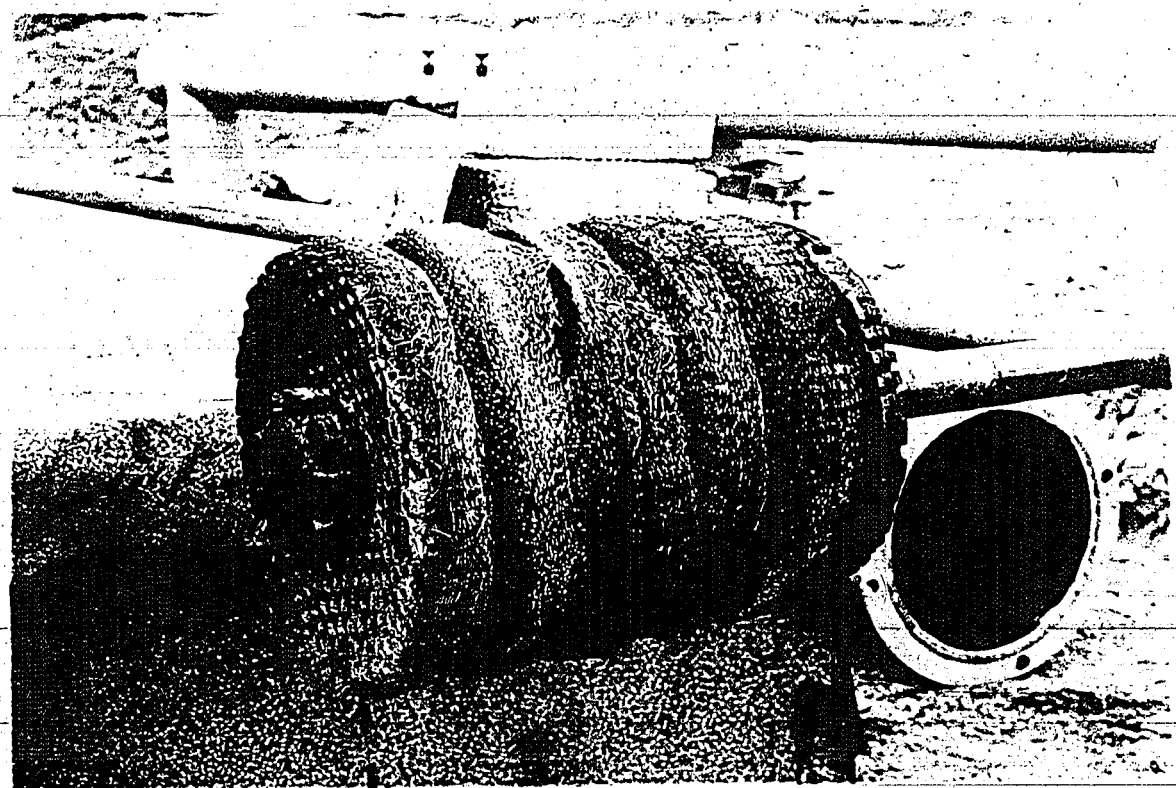
20. Versuch am 20.3.41.

160000114



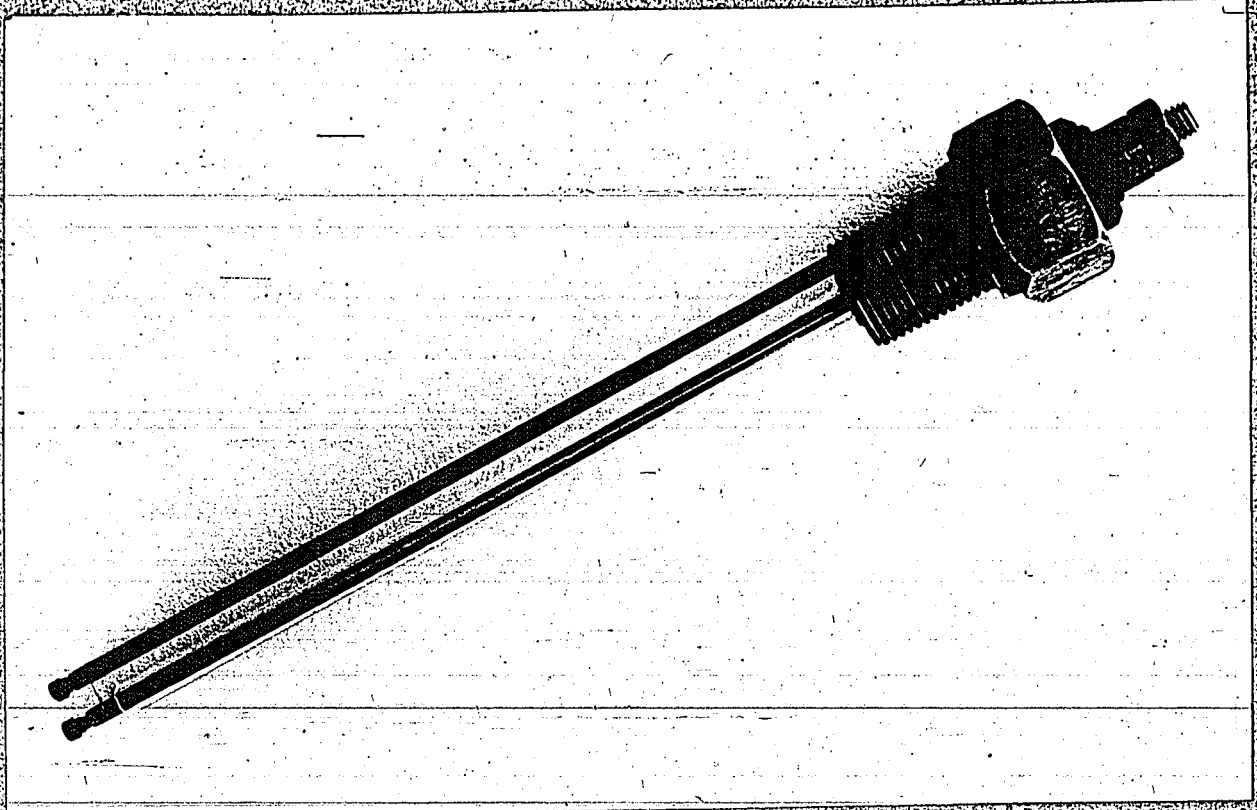
*Abgedeckte Arbeitsgrube durch Rohrdetonation eingestürzt.
20. Versuch am 20.3.41.*

160000115

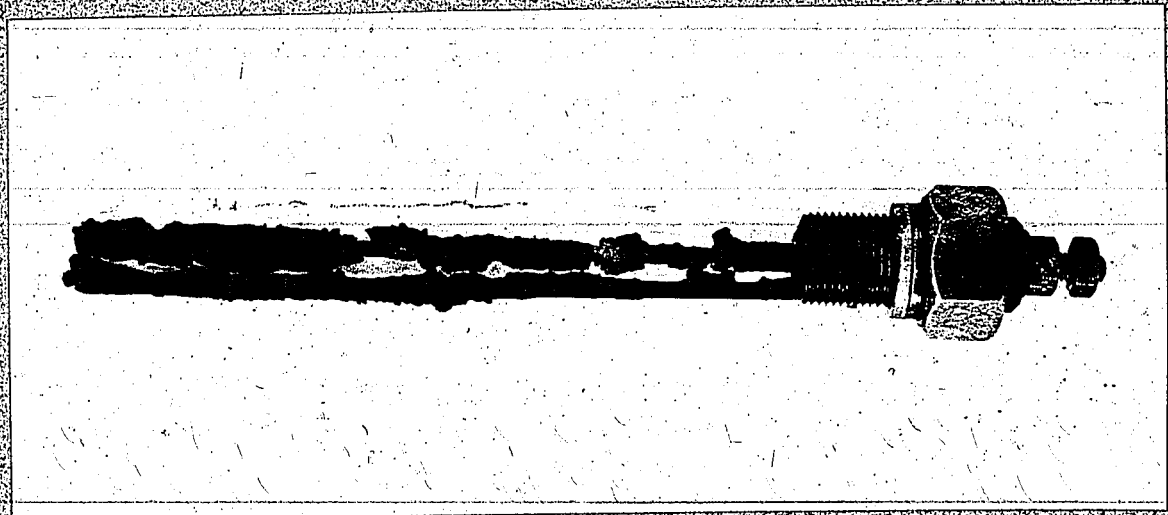


*Ausgebauter Filtereinsatz im Detonationsrohr.
20. Versuch am 20. 3. 41.*

160000116

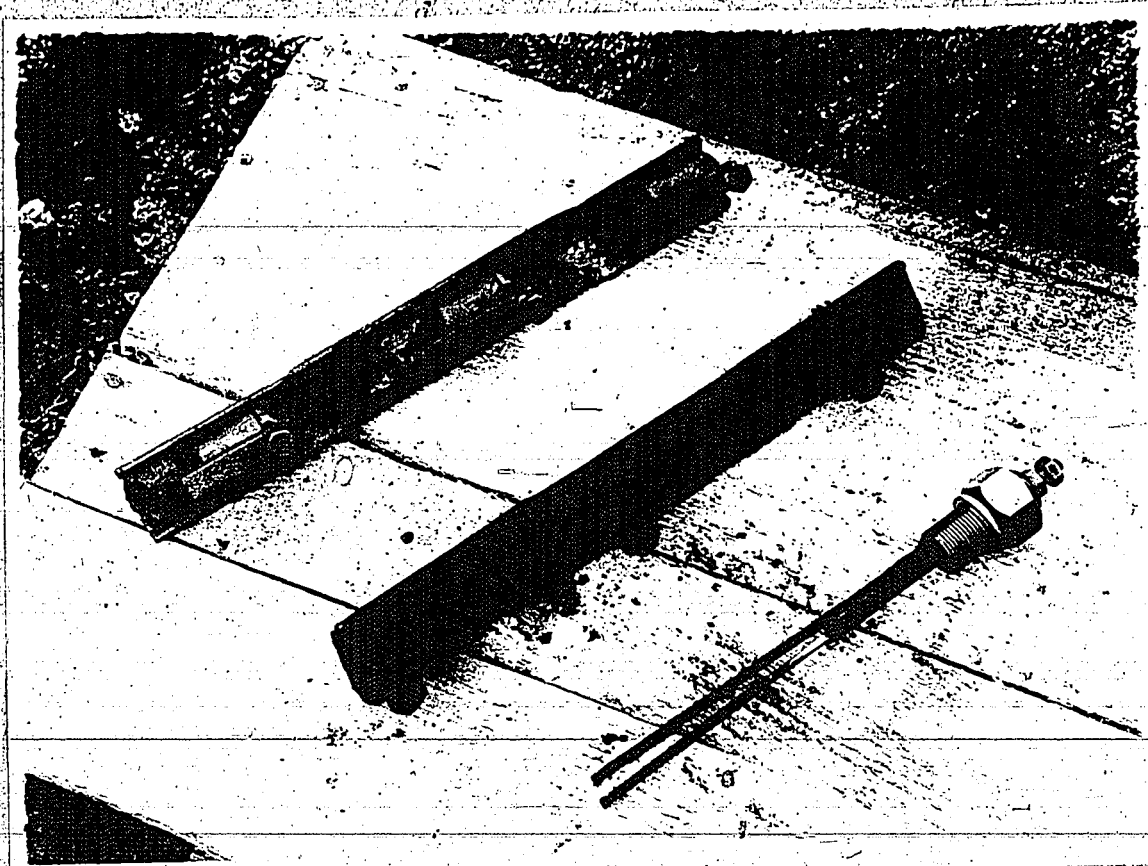


*Versuchsfertige Zündkerze mit Glasröhre
und Platindraht (0,3 mm Ø).*

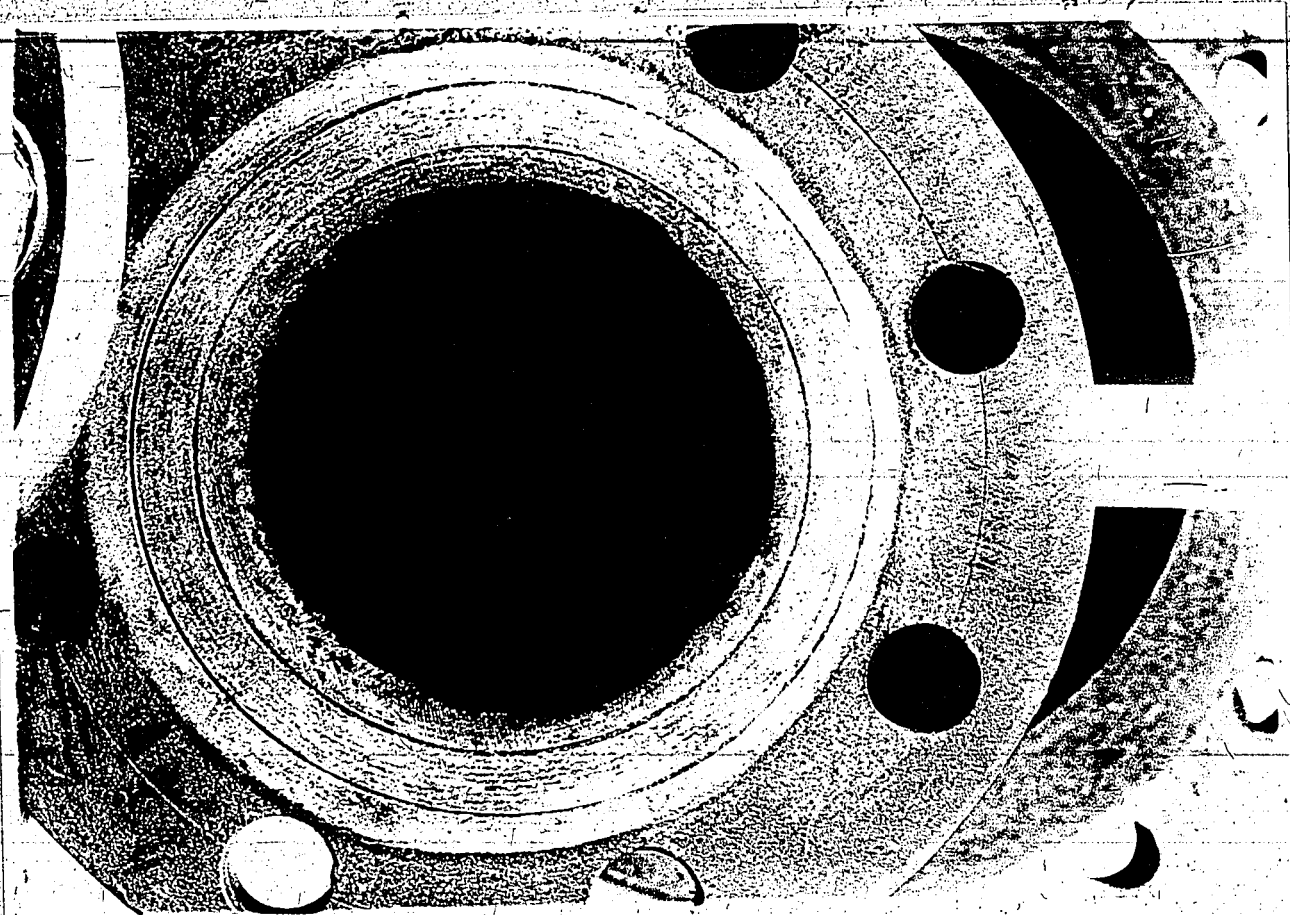


*Zündkerze nach dem Versuch.
19. Versuch am 19.3.41.*

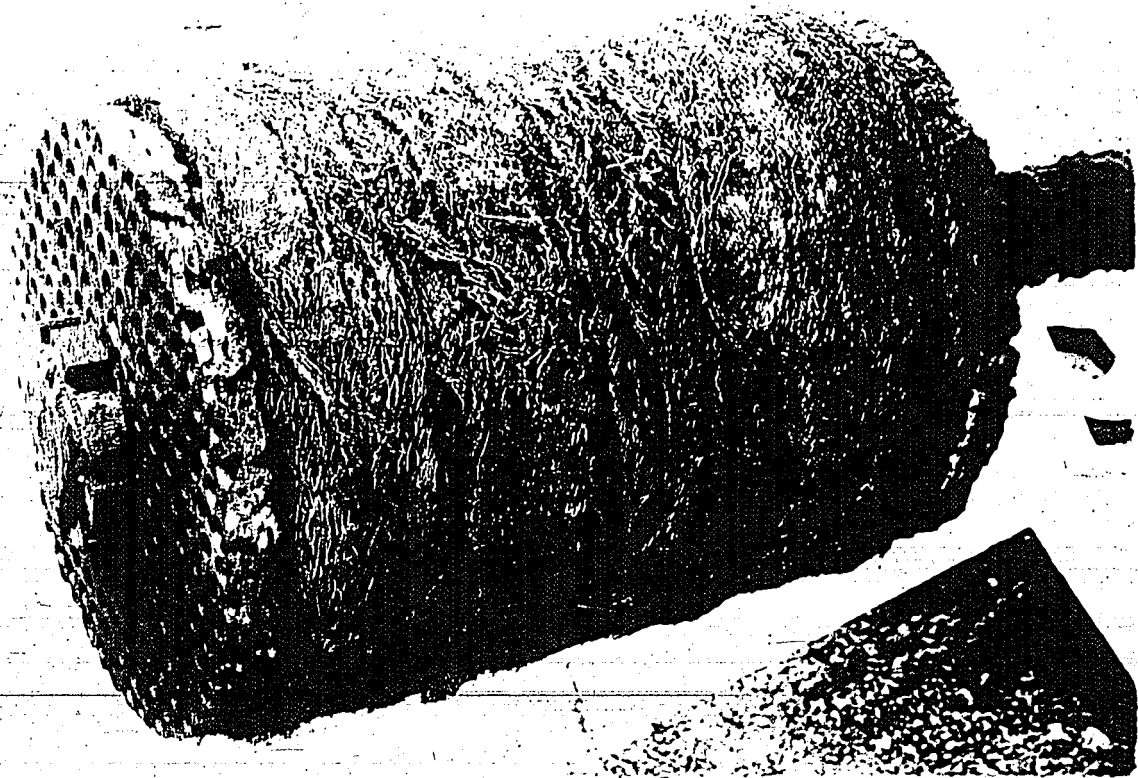
Zündkerze und Schienen mit Krupp'schen Meßetern nach dem Versuch.
Versuchs-Nr. 3 am 13.3.41.
Fülldruck 3 atü, kein Durchschlag. 160000117



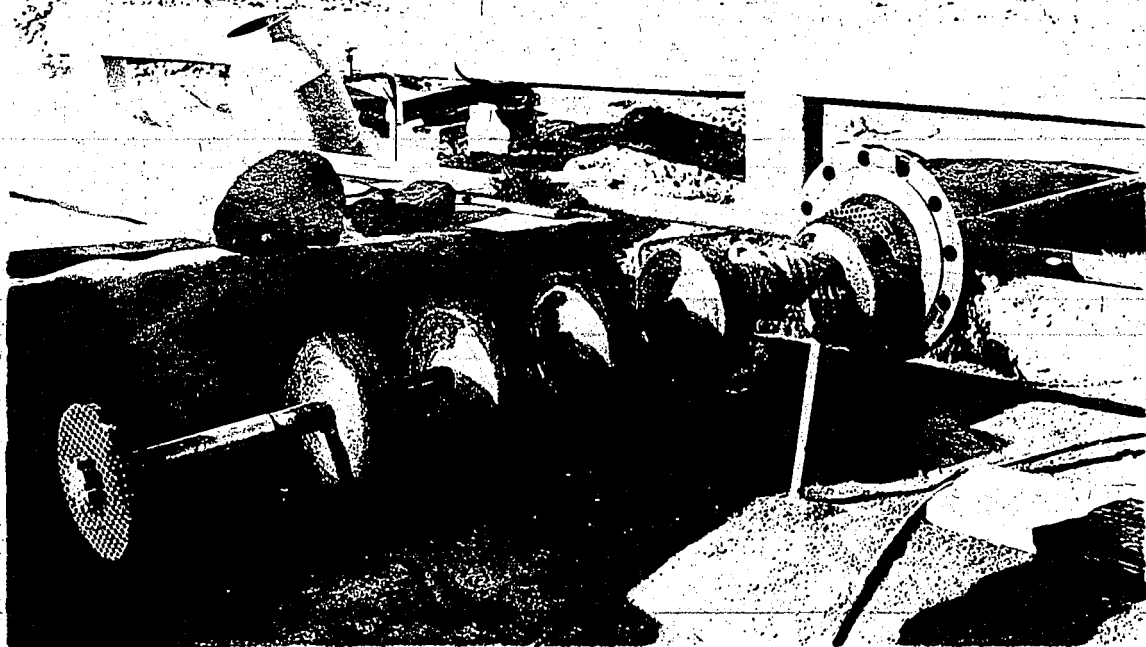
Versuchs-Nr. 3 am 13.3.41.
Fülldruck 3 atü, kein durchgehender Zerfall, Rußabscheidung
lediglich in der 30 cm langen Zündkammer. (Flockiger Ruß).



130000118

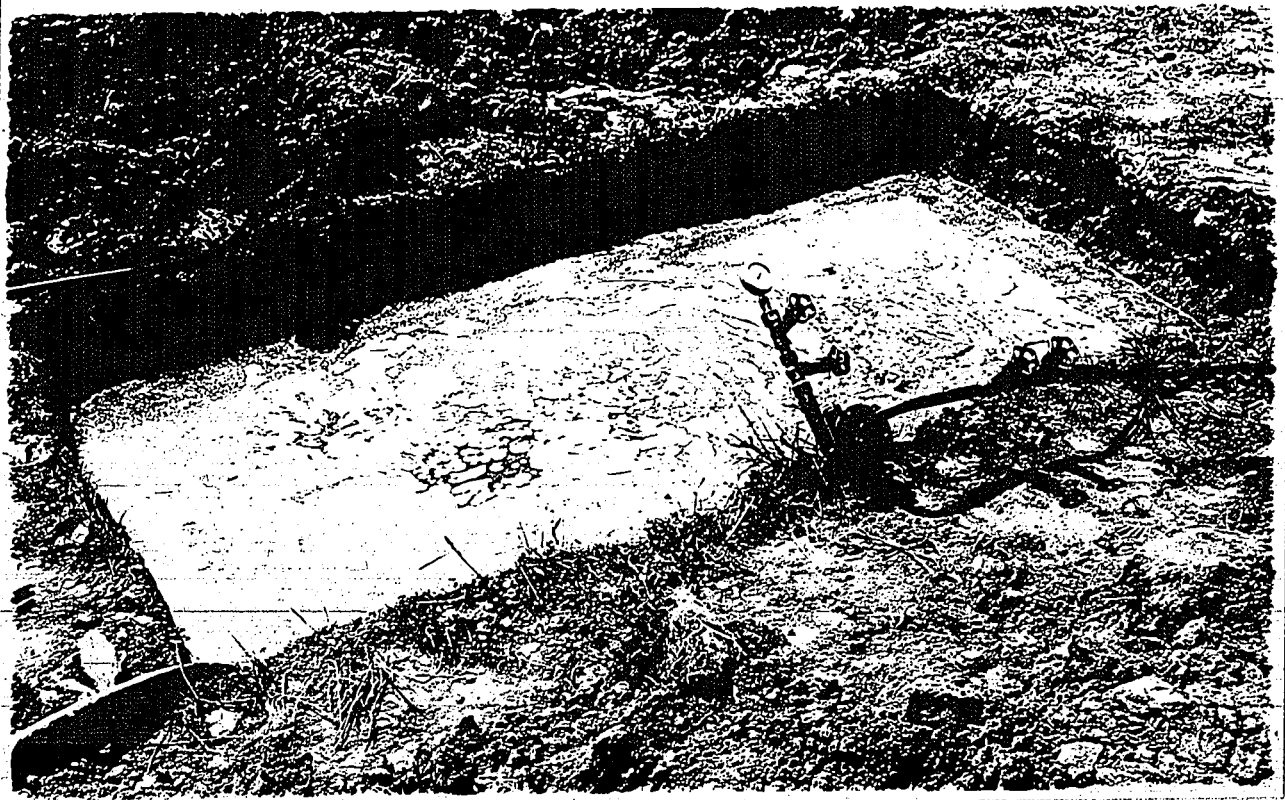


*Filtereinsatz nach dem Versuch.
Versuchsleitung 200 mm ϕ , Anlaufstrecke 30 cm.
19. Versuch am 19.3.41.*



*Ausgebaute Filter.
Versuchsrohr 200 mm ϕ , Fülldruck 3 atü, Anlaufstrecke 30 cm.
19. Versuch am 19.3.41.*

160000119



43. und 44. Versuch Ende Mai 1941.
Rohrbündel im Wasser.

2077

160000120

30/4.03

Problems of the butadiene
manufacture

(d)

2077-17
30/4.03

Buna-Werke
Schkopau

170000121

3/2077
Lamy

6. Tagung der Destiko
11./12. November 1940

Die Ausführungsformen der großen kontinuierlichen
Destillation des Werkes Schkopau.

Inhalt.

1.) Aufgabe der Destillationen	S. 1
2.) Allgemeine Konstruktionsgrundsätze	S. 1
3.) Konstruktive Gedanken beim Bau der Butoldestillation und deren Ausführung	S. 3
4.) Die Ausführung der Butadiendestillation	S. 9
5.) " " " Aethylbenzoldestillation	S. 14
6.) " " " Styroldestillation	S. 19
7.) Die konstruktiven Teile der Destillation	S. 23
a) Kolonnen,	
b) Verdampfer,	
c) Kondensatoren.	
8.) Die Reservehaltung der Destillationsaggregate	S. 30
9.) Vergleich der Destillationen	S. 31

170000122

Buna-Werke
Schkopau

Lamy
6. Tagung der Destik
11./12. November 1940

Die Ausführungsformen der großen kontinuierlichen
Destillationen des Werkes Schkopau.

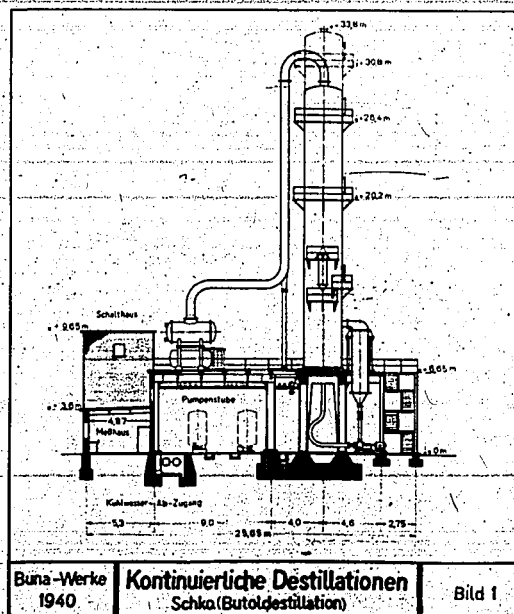
Da im Rahmen der Buna-Produktion eine Reihe reiner Zwischenprodukte benötigt werden, ergibt sich die Notwendigkeit, diese von unerwünschten bzw. unvermeidlichen Nebenprodukten zu befreien. Diese Trennung erfolgt in Destillationen größten Ausmaßes. Es entstanden im Laufe des Vierstufen-Verfahrens innerhalb der ersten Stufe die Butoldestillation, die dazu dient, das in der Aldol-Hydrierung anfallende Rohbutol von seinen Nebenprodukten, Sprit, Butanol und Wasser zu trennen. In der nächsten Stufe ergab sich die Notwendigkeit, reines Butadien zu erzeugen, indem dieses von Propylen und verschiedenen Ölen gereinigt wird. In der zur Butadienerzeugung parallel laufenden Styrolfabrikation wurde eine Aethylbenzoldestillation gebaut, deren Aufgabe darin besteht, das nicht umgesetzte Benzol bzw. höher alkylierte Benzol von Aethylbenzol abzutrennen. Als letzte große Destillation wurde die Styroldestillation erstellt, in der das im Styrol-Ofen anfallende Ofenöl in seine Bestandteile Styrol und nicht umgesetztes Aethylbenzol zerlegt wird. Bei sämtlichen angeführten Destillationen fallen noch geringe Mengen verschiedener Nebenprodukte bzw. Verunreinigungen an, die nicht genannt werden sind, da über die erwähnten Destillationen noch eigene Referate der zuständigen Betriebschemiker folgen werden. Daran werden auch im folgenden vor allem die konstruktiven Gedanken und Absichten bei der Erstellung der genannten vier großen Destillationen entwickelt werden.

Als erstes mußte bei der Projektierung die Bauart der Destillationen festgelegt werden. Da möglichst mit Eisen gespart werden mußte und außerdem bei geschlossener Bauweise sehr große, teure Gebäude notwendig geworden wären, lag der Gedanke nahe, die Anlagen nach amerikanischem Muster als Freiluftanlagen auszuführen. Als Vorteil ergab sich hierbei neben dem geringen Preis, daß die Explosionsgefahr durch den freien Zutritt von Wind und Wetter weitgehendst vermindert wurde. Erfahrungen im ersten Ausbau legten es jedoch nahe, die Freiluft-Aufstellung

nicht zu übertreiben und nicht nur ein Meß- und Bedienungshaus abzumauern, sondern auch wenigstens ein mit einem Dach versehenes Pumpenhaus zu erstellen. Als nächstes mußte entschieden werden, ob nach einem kontinuierlichen oder diskontinuierlichen Verfahren gearbeitet werden sollte. Die Durchrechnung der beiden Möglichkeiten ergab für diskontinuierlichen Betrieb außerordentlich umfangreiche und teure Aggregate und bedeutend größere Tanklager als für kontinuierlichen Betrieb. Darum wurde durchweg für die Reinigung der eigentlichen Zwischenprodukte die kontinuierliche Trennung gewählt. Auf Grund dieser beiden Festlegungen: eingeschränkte Freiluft-Bauweise und kontinuierlichen Betrieb entstanden nun die im folgenden der Reihe nach beschriebenen Destillationen.

Ausführung der Butoldestillation.

Da bekanntlich die Gestaltung einer Destillation im weitgehenden Maße von der Führung der Rohrleitung abhängt, wurde der Entwurf unter den Grundgedanken der kürzesten Rohrleitungsführung gestellt, außerdem wurde, um die Belegschaft im Katastrophenfall zu schützen, festgelegt, daß in die geplanten Meß- und Bedienungshäuser keinerlei Produktleitungen eingeführt werden durften. Hieraus ergab sich für die Butoldestillation der in Bild 1 gezeigte Aufbau.

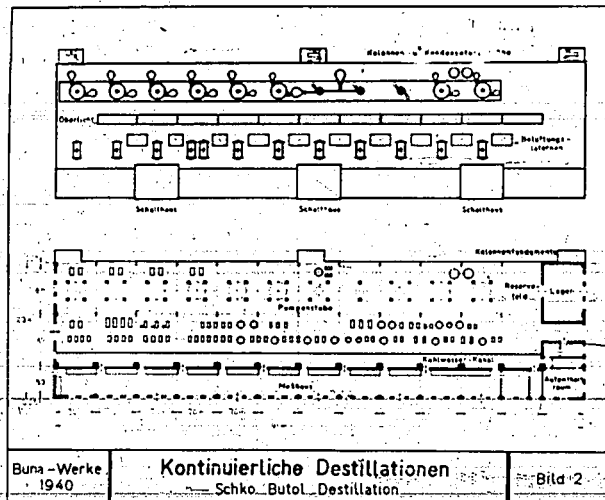


Bei diesem wurde besonders berücksichtigt, daß die Butolkolonnen wegen der hohen Siedepunkte der Zwischenprodukte mit hohem Vakuum betrieben werden müssen. Aus diesem Grunde ist es erwünscht, um die entsprechende Zulaufhöhe für die Sumpfpumpen und Produktpumpen zu erhalten, die Kolonnen hoch zu stellen. Darum wurden diese auf einem Betonsockel von ca. 6,65 m Höhe montiert. Im anschließenden Pumpenhaus erhielten die zur Regelung notwendigen Apparate wie Destillatvorlagen, Destillatpumpen und Rücklaufpumpen ihren Platz an der Meßhausrückwand. Nunmehr lag natürlich nahe, daß die Kondensatoren ihre Aufstellung oberhalb der Destillatvorlagen auf dem Pumpenhausdach, und damit unmittelbar am Meßhaus fanden. Hierdurch war es möglich, den Destillatpumpen der Vakuumvorlagen das Produkt wenigstens mit einer verhältnismäßig großen Saughöhe zulaufen zu lassen. Um eine barometrische Fallhöhe zu vermeiden, wurden zur Absaugung aus der unter dem Kondensator gelegten Destillatvorlage selbst ansaugende Siphumpen eingebaut. Durch Verlegen der Kühlwasser-Zu- und Ablaufleitung in einen an die Meßhausrückwand angrenzenden und damit unter den Kondensatoren liegenden Kanal gelang es, eine sehr einfache Energiezuführung zu diesen zu erhalten. Durch diese Maßnahme wurde erreicht, daß die zur Regelung notwendigen Ventile durch die Meßhausrückwand hindurch auf die Meßtafel gezogen, und damit die Meßinstrumente jeweils über den zugehörigen Regelorganen angebracht werden konnten. Um jedoch die Einführung von Produktleitungen zu ^{den} auf den Meßtafeln angebrachten Ringwaagen zu vermeiden, wurde weitgehendst von der Möglichkeit fernanzeigender Instrumente Gebrauch gemacht. Da die aus den Kolonnenstümpfen ablaufenden Produkte zwangsläufig den nachfolgenden Kolonnen zugeleitet werden müssen und die Regelung von Hand hierfür durch Schwimmregler leicht und sicher ersetzt werden konnte, wurden die Sumpfpumpen auf der Kolonnenseite der Pumpenstube untergebracht. Von diesen Pumpen aus wird das Produkt über Vorwärmer, die teilweise mit Kondensat über Doppelkondenstöpfe von KSB beheizt werden, den Kolonnen zugeführt. Zur Platzersparnis wurden diese Vorwärmer direkt

an die Rohrkolonnen seitwärts angehängt.

Es entstand nunmehr die Frage, ob Pumpenstube und Kolonnensockel getrennt aufgestellt werden sollten. Hierdurch wäre der Lichtzutritt erleichtert, und die Belüftung der Pumpenstube vereinfacht worden. Wir befürchteten jedoch, daß ähnlich wie im ersten Ausbau, durch Kälte Schwierigkeiten für den Betrieb entstehen könnten; darum wurden Pumpenstube und Kolonnenfundament bei dieser Destillation ohne Zwischenraum aneinander gefügt. Hierdurch wurde die Möglichkeit offen gelassen, die Pumpenstube nachträglich mit Türen oder Fenstern zu verschließen. Der durch diese Maßnahme zwischen eigentlicher Pumpenstube und Kolonnenfundament zwangsläufig entstandene Gang war ein willkommener Platz für die Verlegung der Wärme-Energieleitungen. Dieser Platz konnte bedenkenlos hierfür ausgenutzt werden, da die automatische Regulierung der Kolonnen-Sumpftemperaturen eine Handregelung der Dampfzuführung zu den Kolonnen von der Meßhausrückwand aus unnötig macht. Um den auf diese Weise entstandenen Großraum genügend durchlüften zu können, wurden oberhalb des zwischen Kopf und Sumpfpumpen vorgesehenen Laufganges laternenartige Dachaufbauten angebracht, die mit verschließbaren Fenstern ausgerüstet wurden. Um auch die Lichtverhältnisse einwandfrei zu gestalten, wurde das Meßhaus mit verhältnismäßig geringer Höhe ausgeführt. Hierdurch wurde es möglich, im Oberteil der Meßhausrückwand ein breites Lichtband anzubringen. Zur weiteren Erhellung des Raumes wurde oberhalb der Sumpfpumpen ein regelrechtes Oberlicht eingebaut, das aber wegen der z-Zt. herrschenden Umstände durch Farbanstrich verdunkelt ist. Über dem Meßhaus sind die elektrischen Schalträume untergebracht. Dieser Platz ergab sich aus der Forderung, daß die Kabelzuführungen zu den Pumpen, die durch Kabelkanäle erfolgt, nicht über 30 m betragen sollen. Wären die Schalträume im Erdgeschoß untergebracht worden, so hätte entweder das Meßhaus unterteilt werden müssen oder bei Anbringung an dessen

Enden wäre eine Erweiterung stark behindert worden. Die noch mögliche Anordnung der Schalträume im Pumpenhaus hätte dessen Übersichtlichkeit stark vermindert. Außerdem hätte, wie aus den Grundrissen des Bildes 2 zu erschen ist, der Bau verlängert werden müssen.



Im unteren Schnitt dieses Bildes sind die Kolonnenfüße, die Pumpenstube und das Meßhaus dargestellt. Im Meßhaus sind die einzelnen Tafeln, und zwar für jede Kolonne eine eigene, zu erkennen. An das Meßhaus schließt sich der Kanal für das zu- und abfließende Kühlwasser an. Dieser ist am Anfang und am Ende sowie an jedem Schalthaus belüftet. An der Ostseite des Baues sind die Belegschaftsräume untergebracht, im Bedienungshaus das Meisterzimmer, von dem aus dieser Raum in seiner ganzen Länge von ca. 90 m überblickt werden kann. Anschließend wurde ein Schichtmeisterzimmer, der Aufenthaltsraum für die Belegschaft, sowie die sanitären Räume angeordnet. Ein Magazin für die notwendigen Reserveteile ergänzt die Reihe der im Erdgeschoß eingerichteten Nebenräume.

Der obere Schnitt zeigt die Kolonnenbühne. Von den eingezeichneten Kolonnen dienen die vier westlichen zur Reinigung des Butols, die fünf ostwärtigen zur Aufarbeitung des Sprits. Im Bild erkennt man, daß die senkrecht angeordneten Verdampfer

direkt an die Kolonnen angebaut sind. Auf der Spritseite sind nicht nur Verdampfer, sondern auch Raschigkolonnen, sowie zwei zur Verharzung notwendige Verkocher mit den Kolonnen verbunden. Weiterhin ist das schon erwähnte Oberlicht zu erkennen. Die zur Lüftung dienenden Dachaufbauten sind so unterbrochen, daß die Röhrenbündel der von Balcke gelieferten Ginabat-Kondensatoren nach vorn ausgezogen werden können. Außerdem sind noch die schon erwähnten drei Schalthäuser zu bemerken. Diese sind zweistöckig ausgeführt. Die unteren, direkt über dem Meßhaus befindlichen Räume, dienen als Schalträume, die oberen werden als Lagerräume für den Betrieb verwendet.

In den folgenden Bildern zeigen wir Aufnahmen aus der eben besprochenen Destillation.

Bild 3 zeigt die Gesamtansicht der Butoldestillation.

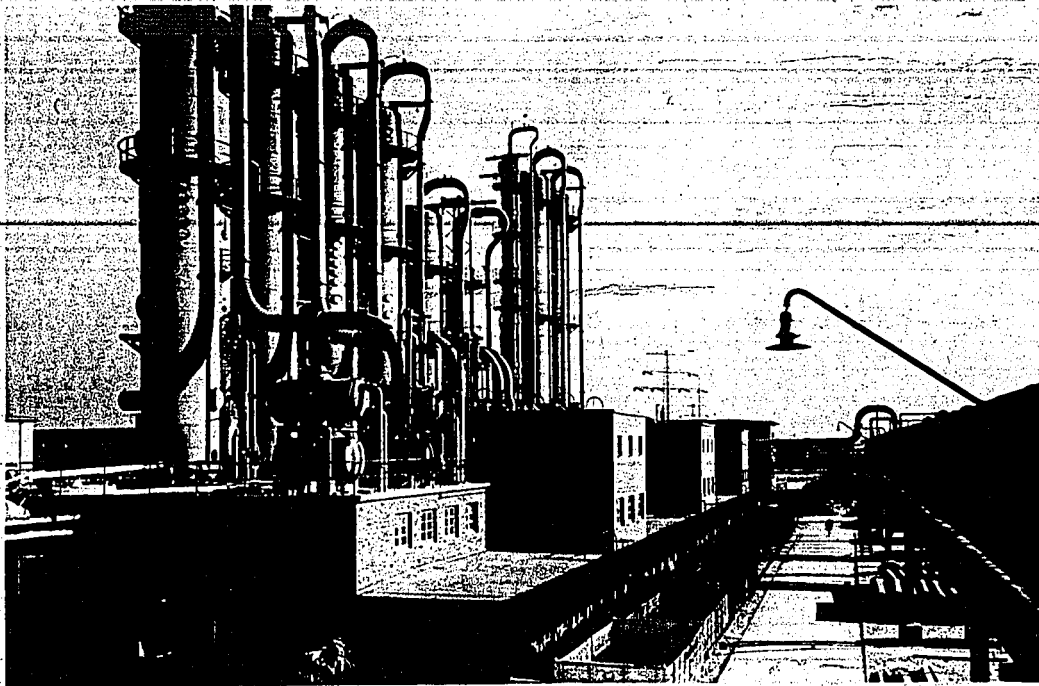


Bild 3

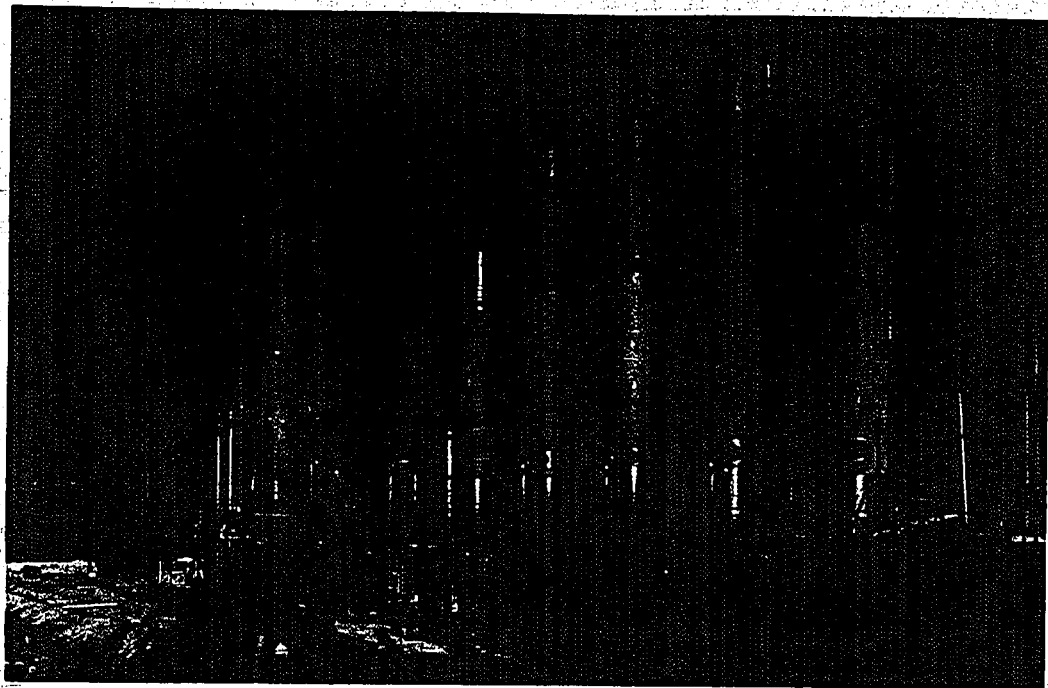
Bild 3 a

Bild 3a zeigt die Rückseite des Baues.
Im Vordergrund ist das Meßhaus mit den darübergebauten Schalt-
häusern, die Pumpenstube mit den daraufgestellten Kondensatoren,
sowie die Kolonnen der Butolseite zu erkennen. Im Hintergrund
befinden sich die drei 60 bödigen für die Destillation des
Sprit notwendigen Kolonnen.

Das nächste Bild 4 zeigt eine Ansicht des Meßhauses.

Bild 4

170000129

- 8 -

Auf der rechten Bildseite befinden sich die Meßschränke mit den davor aufgestellten Schreibpulten, auf der linken Seite erkennt man einen Untersuchungstisch, auf dem gerade die Spiritkonzentration festgestellt wird.

Die beiden nächsten Bilder 5 und 6 zeigen die Ansicht des Pumpenhauses von Osten und von Westen her.



Bild 5

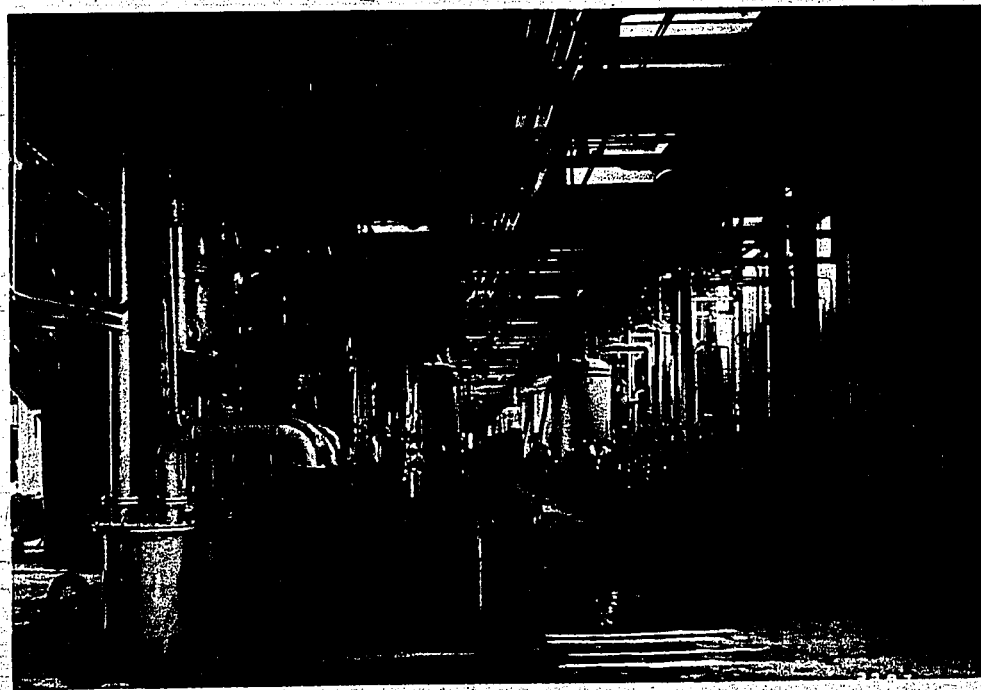


Bild 6

Aus ihnen ist deutlich die Wirkung der verschiedenen Laternen und des über dem Meßhaus angebrachten Lichtbandes zu erkennen. Auf dem letzten Bild 7 der Butoldestillation ist der zwischen dem Fundamentpfeiler und dem Pumpenhaus entstandene Gang gezeigt. Auf der Abbildung sind die verschiedenen Energieleitungen, vor allem die Hochdruckdampfleitung zu erkennen.

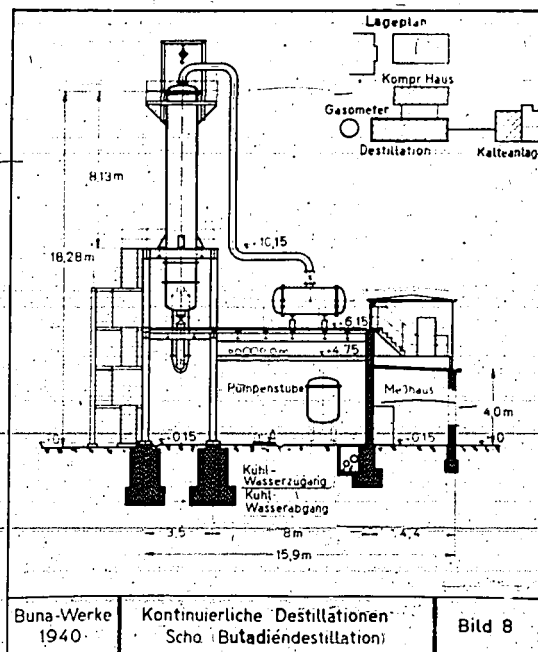


Bild 7

Ausführung der Butadiendestillation.

Die zweite zu erörternde Destillation, die Butadiendestillation zerfällt ähnlich wie die Butoldestillation in verschiedene Teile, und zwar in eine Waschung und Trocknung des bei der Spaltung des Butoles entstandenen Rohgases, eine Kompression

mit anschließender Verflüssigung, sowie die Trennung des Rohbutadiens in seine verschiedenen Bestandteile; ferner in eine Aufarbeitung der entstandenen Nebenprodukte. Vergleicht man nun diese Destillation mit der eben beschriebenen, so zeigt Bild 8, daß diese eine vollkommen andere Ausführungsform besitzt.



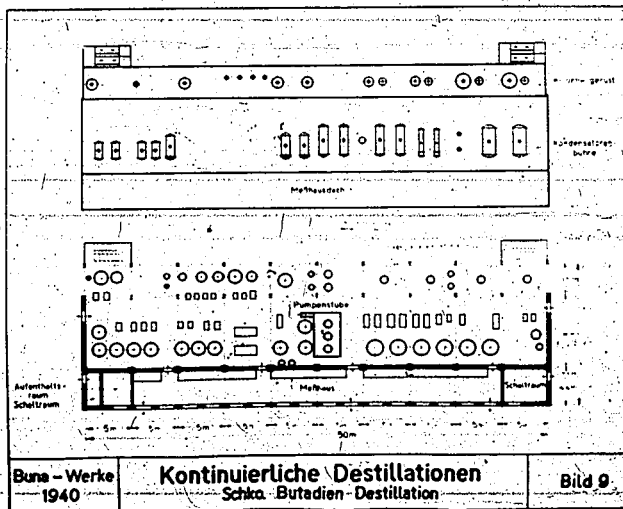
Der Grund hierfür besteht, wie aus der kurzen Beschreibung des Arbeitsganges hervorgeht, unter anderem darin, daß wesentliche apparative Unterschiede gegenüber der Butoldestillation vorhanden sind. Außerdem muß bei der Trennung des Propylens vom Butadien mit außerordentlich niedrigen Temperaturen gearbeitet werden, da das in der Blase dieser Kolonnen befindliche Butadien bei ca. -4° bis -5° siedet, während das am Kopf übergehende Propylen sogar eine Temperatur von -45° aufweist. Aus diesem Grund kann als Kühlmittel für die Kondensatoren dieser Kolonnen nicht mehr Saalewasser, ^{benützt} sondern es muß Kältesole verwendet werden.

Auf Bild 8 ist der Lageplan der Destillation eingetragen. Aus diesem ist zu ersehen, daß die Destillation platzmäßig außerordentlich eingeschränkt ist. Dies wurde dadurch bedingt, daß vom ersten Ausbau her bereits eine verhältnismäßig große Kälteanlage vorhanden war. Hierdurch war die Wahl eines weitläufigeren Platzes unmöglich gemacht. Durch die Notwendigkeit, außer

der Destillation noch ein Kompressorenhaus für Propylen und Butadiengase im gleichen Feld unterzubringen, wurde der Konstrukteur gezwungen, eine möglichst raumsparende Anordnung zu wählen. Aus diesem Grunde wurden die Kolonnen, wie der im Bild 8 gezeigte Querschnitt der Destillation darstellt, auf das Pumpenhaus, nicht neben dieses gesetzt. Hieraus ergab sich von selbst, daß die Fundamentkonstruktionen als Eisenkonstruktionen ausgeführt werden mußten. Ein erwünschter Vorteil dieser Bauausführung ist, daß durch das Hochstellen der Kolonnen die Sumpfpumpen der Kolonnen, die flüssiges Butadien zusammen mit Butadienöl bei Temperaturen von -5° abziehen müssen, eine genügende Zulaufhöhe erhalten, sodaß Kavitationserscheinungen durch Erwärmung des Destillats in diesen besonders schwierigen Pumpen sicher vermieden werden. Im übrigen bestimmten ähnliche Gesichtspunkte, wie bei der Butoldestillation die Anordnung der Apparate und Rohrleitungen. So wurden Destillatpumpen und -vorlagen, sowie die Kondensatoren an den gleichen Plätzen, wie bei der Butoldestillation angeordnet.

Auch die Kühlwasserleitungen wurden an der Meßhausrückwand in einen Kanal verlegt. Das erzwungene Sparen mit Raum wirkt sich bei dieser Destillation, vor allem in der gedrängten Rohrleitungsführung der Produkt- und Energieleitungen aus, zumal diese in weitgehendem Maße mit einer außerordentlich starken Kälteisolierung ausgerüstet werden mußten.

Diese Enge ist besonders aus Bild 9, das die Grundrisse der Destillation darstellt, zu erkennen.



Pumpen und Vorlagen sind nahe zusammengelagert, Nebenräume mußten größtenteils entbehrt werden. Die Schalträume wurden für den zweiten Ausbau im Zuge des Meßhauses angebracht und erst jetzt bei einer neuen Erweiterung auf das Meßhausdach verlegt. Trotz dieser scheinbaren Mängel ist die Destillation ein besonders interessanter Produktionsteil, der mit großer Liebe ausgearbeitet ist. Hiervon zeugt besonders die weitgehende Kälte- und Wärmeausnutzung in der Propylen-Kolonne, bei der sowohl die Kälte des Destillates zur Kühlung des Rücklaufs als auch die Kompressionswärme der Propylengaskompressoren zur Heizung der Blase ausgenutzt wird. Da, wie schon einmal erwähnt, in einem Eigenreferat hierüber berichtet werden wird, erübrigt sich die ausführliche Behandlung dieses Vorganges. Im folgenden sollen nun wiederum einige Bilder aus dieser Destillation gezeigt werden.

Bild 10 zeigt die Ansicht der Destillation von Osten her.

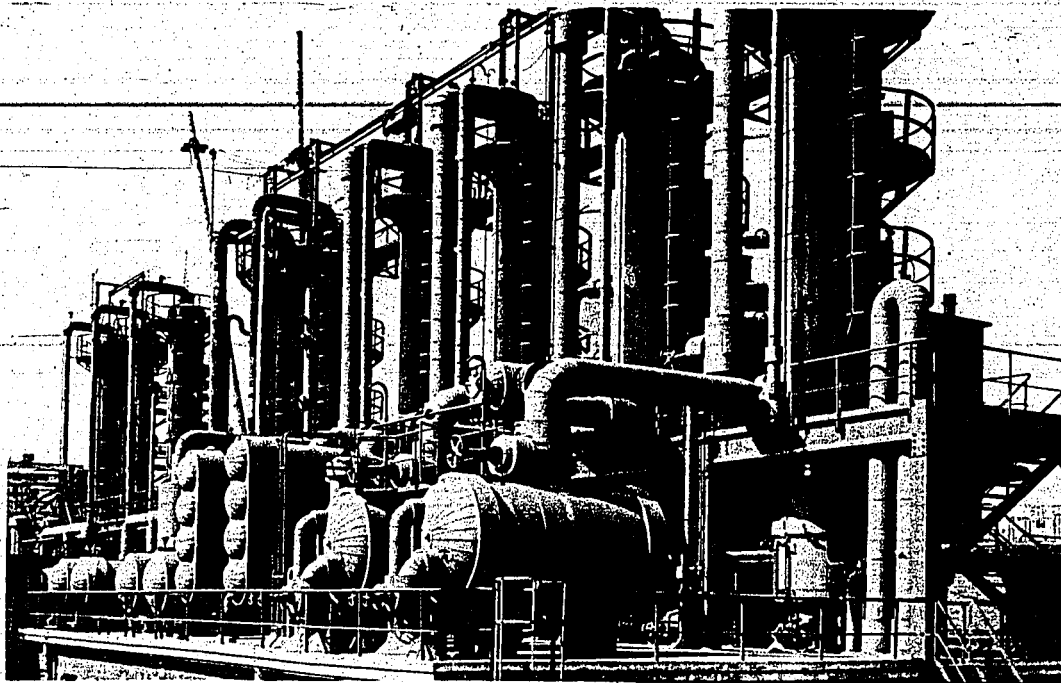


Bild 10

Im Vordergrund sieht man die außerordentlich stark isolierten Kondensatoren der Butadienkolonnen. Anschließend daran die Wärmeaustauscher für Gas und Rücklauf der Propylenkolonnen. Im Hintergrund ist das Gerüst für die Kolonnen zu erkennen. Da man hier mit Polymerisationsgefahr rechnen mußte, wurden die Kolonnen nicht auf das Dach gestellt, sondern so in das Gerüst eingehängt, daß die Blasen sowie einige Böden nach unten ausgebaut werden können. Über den Kolonnen ist eine Laufschiene zu erkennen, in der der Montagekran für das Montieren der Böden von oben befestigt ist.

Bild 11 zeigt das Meßhaus der Destillation.

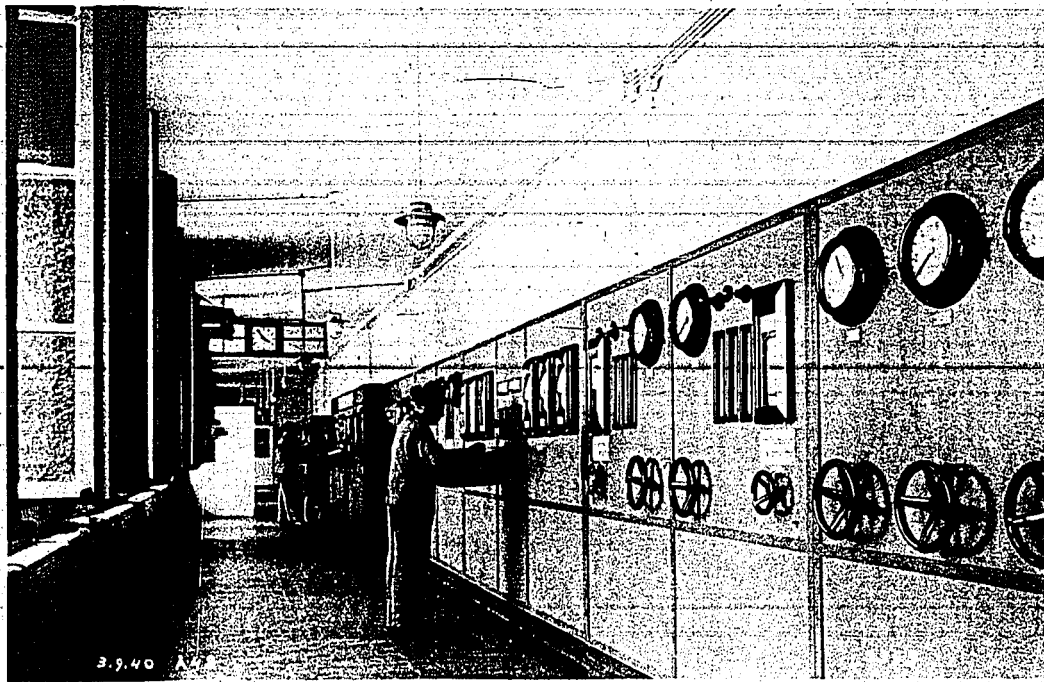


Bild 11

Dieses ist wesentlich schmaler als das der Butoldestillation ausgeführt.

Bild 12 zeigt eine Gruppe von Butadienpumpen. Auch hier ist die gedrängte Bauweise, die durch die dicken Isolierungen besonders auffällt, zu erkennen.

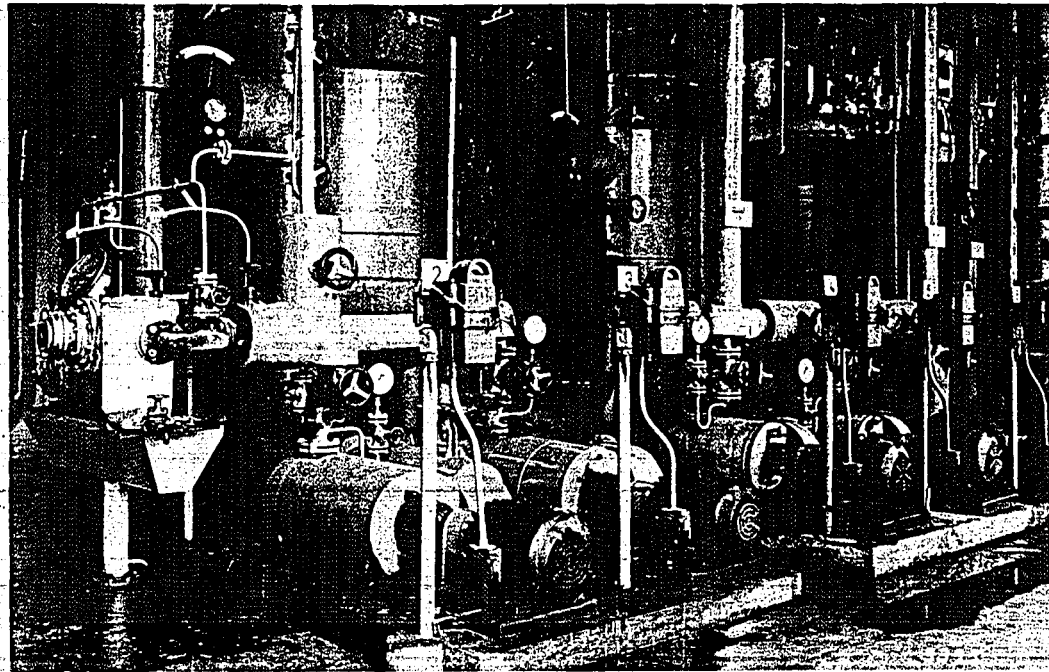
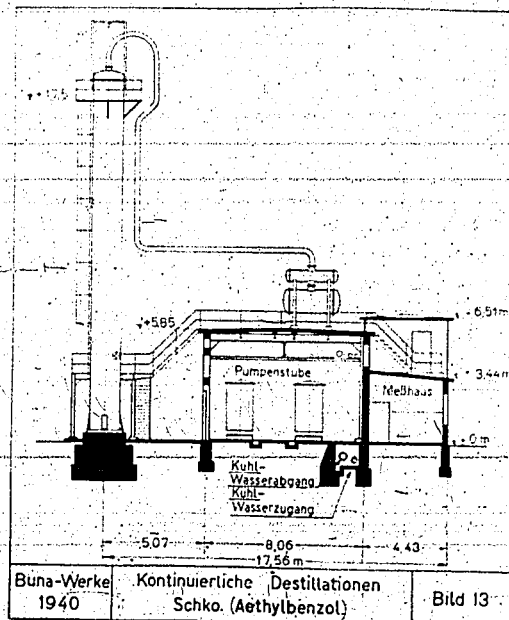


Bild 12

Ausführung der Aethylbenzoldestillation.

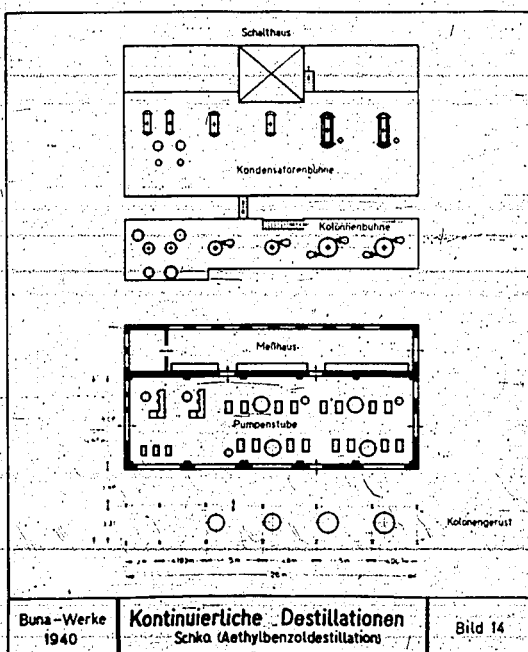
Die nächste zu behandelnde Destillation ist die Aethylbenzoldestillation. Wie schon erwähnt, werden bei dieser Destillation Benzol und höher alkylierte Benzole vom Hauptprodukt getrennt.

Bild 13 zeigt wiederum einen Querschnitt durch die Anlage.



Da es sich um Destillationsvorgänge bei Normaldruck handelt, wurden die Kolonnen direkt auf dem Boden aufgestellt und das Pumpenhaus mit dem angebauten Meßhaus von den Kolonnen getrennt. Auch hier waren die früher erwähnten Grundsätze für die Anordnung von Apparaten und Rohrleitungen maßgebend, so daß es sich erübrigt, diese nochmals zu beschreiben. Es muß nur darauf hingewiesen werden, daß gerade bei dieser Destillation für die Erstellung eines offenen Pumpenhauses besondere Schwierigkeiten im Winter-Betrieb aufgetreten sind. Durch Undichtigkeiten in den Kondensatoren gelangte Wasser in das in der Kolonne 1 abgetriebene Benzol. Auf Grund der gegenseitigen Unlöslichkeit von Wasser und Benzol schied sich nun das eingedrungene Wasser in sämtlichen unvermeidlichen Säcken der Rohrleitungen ab und begann durch Vereisen diese zu verstopfen. Dazu kam, daß, da Benzol selbst schon bei ca. $+5^{\circ}$ zu erstarren beginnt, ^{daß} sämtliche Produktleitungen beheizt werden mußten. Um nun für die Zukunft das hierdurch notwendige, umständliche Beheizungssystem entbehren zu können, wurde nachträglich das Pumpenhaus durch Anbringung von Rollos verschließbar gemacht. Das Beheizen des Pumpenraumes wird in Zukunft durch frischluft-ansaugende Ventilator-Heizungskörper erfolgen.

Bild 14 zeigt den Grundriß des Baues. Aus ihm ist noch einmal der zwischen Kolonnen und Pumpenstufe vorgesehene Gang zu erkennen.



Außerdem sieht man den über dem Maschinenhaus in der Mitte angebrachten Schaltraum. Für Nebenräume war in dieser Anlage nur ein Zimmer vorgesehen, das z. Zt. Luftschutzzwecken dient.

Bild 15 zeigt die Außenansicht der Acetylbenzoldestillation.

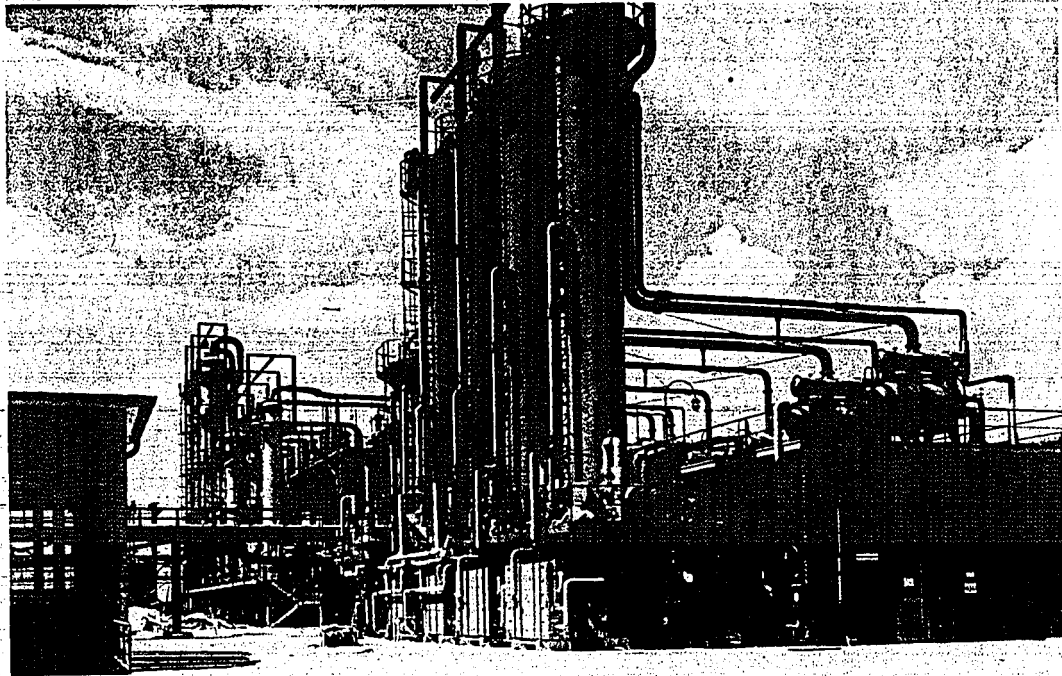


Bild 15

Am Fuße der Kolonnen sind die Wärmetauscher für die Ausnutzung der in den Wiederaufkochern anfallenden Kondensatwärme zu erkennen. Die auf dem Dach des Pumpenhauses sichtbaren Kondensatoren sind mit Vorkühnern, die zur Aufheizung des Rücklaufs dienen, ausgerüstet.

Im Bild 16 ist das Meßhaus der Aethylbenzoldestillation gezeigt. Die Ausführung gleicht weitgehend der der Butadiendestillation.

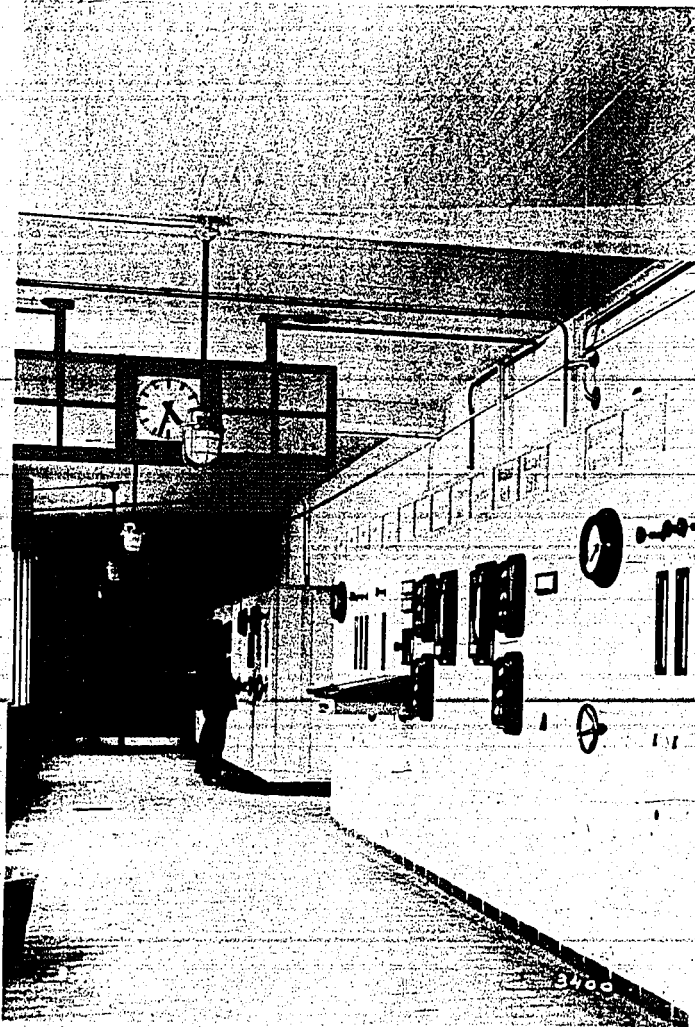


Bild 16

170000139

- 18 -

Bild 17 läßt die Aufstellung der Vorlagen und Pumpen sowie die Rohrleitungsführung in der Pumpenstube erkennen.

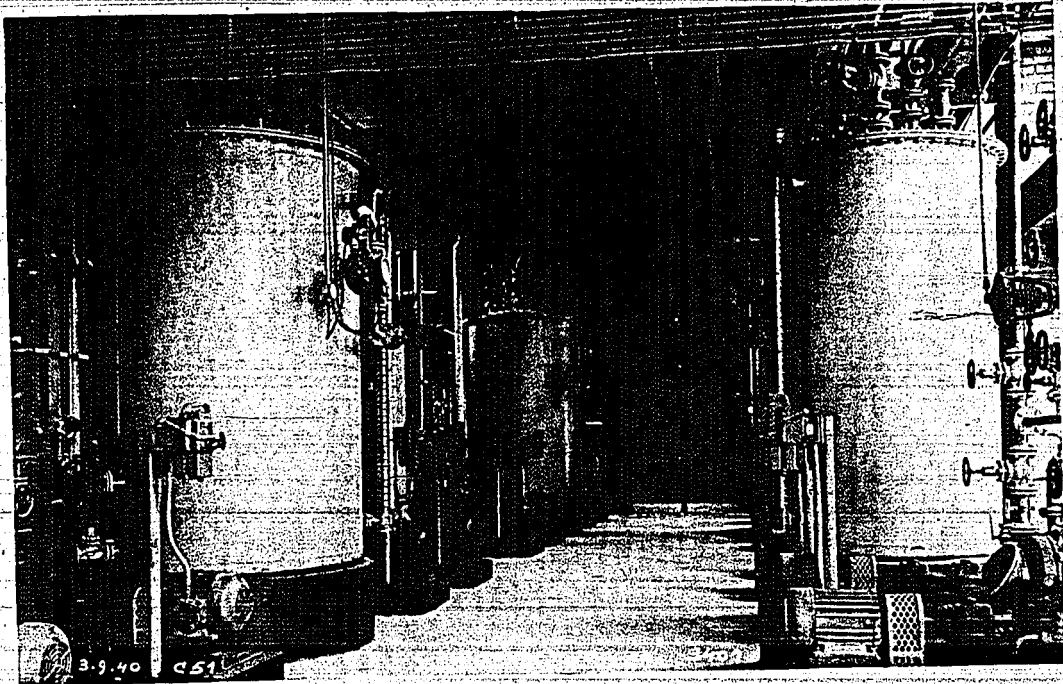


Bild 17

Im Vordergrund sieht man die Stromzuführung zu den Pumpenmotoren, die durch die im Boden liegenden Kabelkanäle erfolgt. Die Kabel werden durch ein in den Boden einzementiertes Rohr dem Schalter, und von dort aus den Motoren zugeführt.

Auf Bild 18 erkennt man die Fußkonstruktionen der einzelnen Kolonnen.

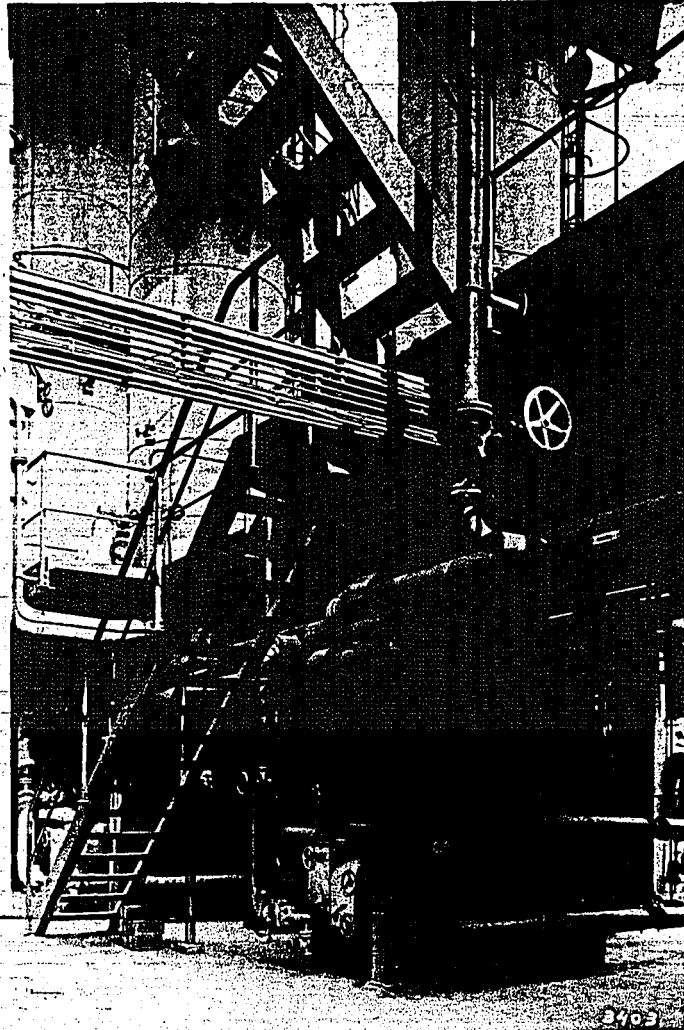


Bild 18

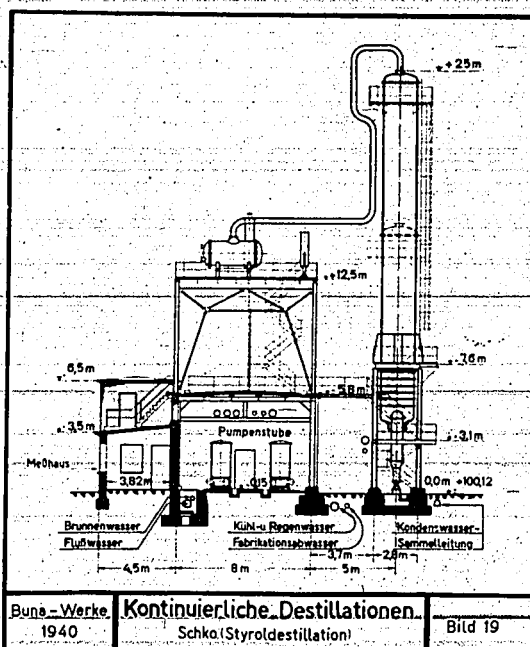
Die Turmenden sind durch Stegbleche versteift, sodaß schwere Füße entstehen. Diese sind direkt auf die Betonseckel aufgesetzt.

Ausführung der Styroldestillation.

Die nächste große Destillation wurde im Rahmen der Styrolfabrik errichtet. In ihr erfolgt die Aufarbeitung des Ofenöls in Styrol und Aethylbenzol sowie einige andere Nebenprodukte. Der Trennungsvorgang ist hier besonders schwierig, da das Hauptprodukt zur Wärmepolymerisation neigt. Deswegen wird die Destillation zur Herabsetzung der Temperaturen im Hochvakuum durchge-

führt. Hätte man nun die Abtrennung des Styrols in einer normalen aus einer einzigen Kolonne bestehenden Vakuumdestillation durchgeführt, so wären wegen des großen Druckabfalles zu hohe Temperaturen entstanden, da in diesem Fall eine besonders große Bodenzahl notwendig geworden wäre. Man war darum gezwungen, mehrere Kolonnen für die gleiche Aufgabe hintereinanderschalten.

Aus diesem Grunde entstand der in Bild 19 gezeigte Querschnitt.

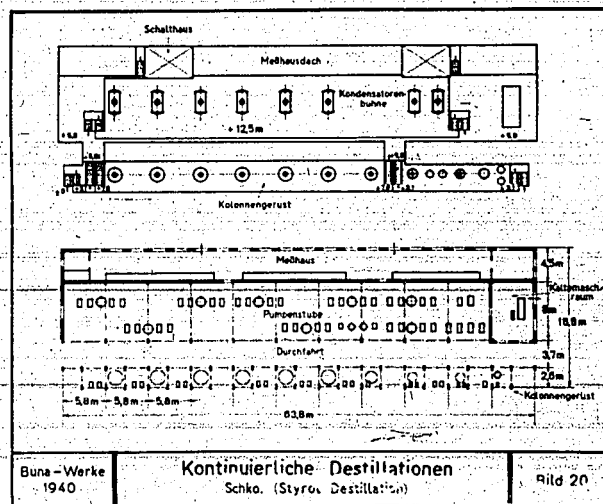


Buna-Werke, 1940, Kontinuierliche Destillationen, Schko (Styroldestillation), Bild 19

Die Kolonnen wurden in ein Gerüst eingehängt. Dieses konnte nicht aus Eisenbeton ausgeführt werden, da wegen der Polymerisationsgefahr die untersten Glockenböden samt Blase abnehmbar gestaltet werden mußten. Das Pumpenhaus mit Kühlwasserkanal sowie Meß- und Bedienungshaus wurden nach den gleichen Grundsätzen wie bei den übrigen Destillationen gebaut. Ebenso bestimmten die gleichen Gesichtspunkte die Unterbringung der Schaltstationen. Im Gegensatz zu den übrigen Destillationen mußte jedoch die Kondensatorbühne grundsätzlich anders angeordnet werden. Man wollte nämlich auf jeden Fall vermeiden, daß durch Undichtigkeiten Luft bzw. Sauerstoff in das Produkt gelangt, da hierdurch die Polymerisation begünstigt wird. Aus diesem Grunde war man gezwungen, die Kondensatoren mit barometrischem Gefälle auf einer Bühne von 12,5 m aufzustellen;

auf der gleichen Bühne fanden auch die Vakuum-Strahlensauger ihren Platz. Die große Höhe ergab sich daraus, daß bei einem Barometerstand von ca. 780 mm Hg noch ein einwandfreier Betrieb gewährleistet werden mußte.

Betrachtet man den Grundriß Bild 20, so fällt ins Auge, daß Pumpenhaus und Kolonnengerüst wie bei der Aethylbenzoldestillation durch eine Durchfahrt voneinander getrennt sind.



Diese Ausführung wurde gewählt wegen der großen Explosionsgefahr, um bei der Entlüftung der Pumpenstube sicher zu gehen. Im Winter macht sich diese Anordnung nicht immer vorteilhaft bemerkbar; trotzdem läßt die durch Undichtigkeiten möglichen Gefahren diese im vorliegenden Falle ratsam erscheinen. In den Nebenräumen ist außer einem Meisterzimmer und einem Luftschutzzwecken dienendem Raum eine Kälteerzeugungsanlage untergebracht, die zur Unterkühlung der aus den Kondensatoren der Kolonne I abgesaugten Inertgase und Produktdämpfe dient.

Bild 21 zeigt die äußere Ansicht der Destillation. In den ersten drei großen Kolonnen, von denen eine als Reserve dient, wird Aethylbenzol mit verschiedenen Verunreinigungen gewonnen, in den übrigen niedrigen Kolonnen wird Rohstyrol erzeugt, das endlich in einer letzten Kolonne als Reinstyrol gewonnen wird. Hinter den Kolonnen ist der auf der 12,5 m Bühne angeordnete Kondensator der Aethylbenzolkolonne zu erkennen. Am Vorderrand

dieser Bühne sieht man die Dampfstrahlensauger, die zur Entlüftung des Kondensators dienen.

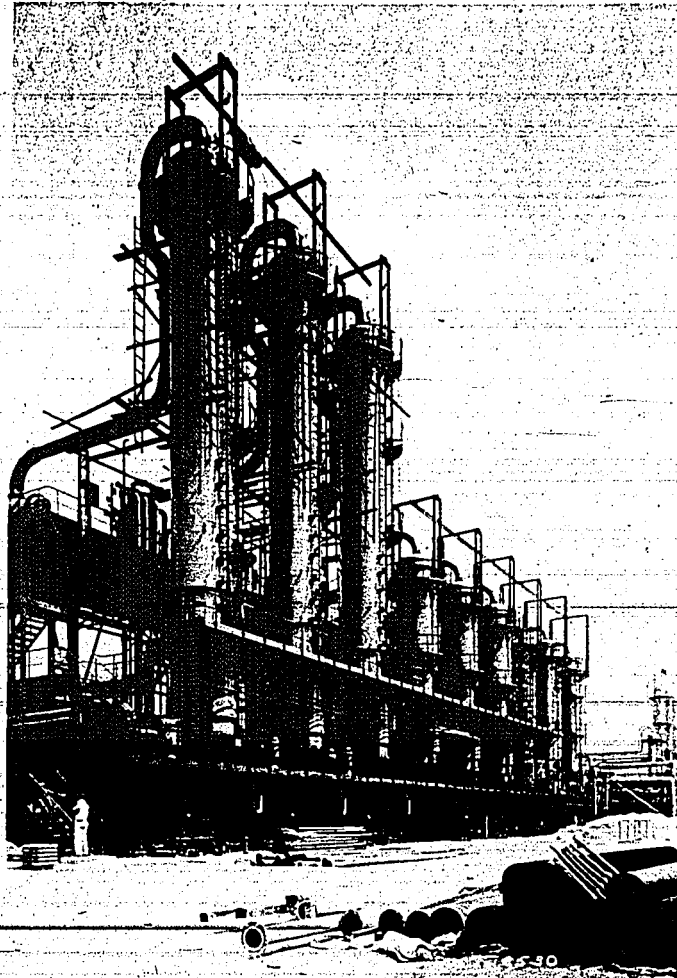


Bild 21

Bild 22 zeigt das Meßhaus der Anlage.



Bild 22

Auf Bild 23 erkennt man den Pumpenraum der Destillation.



Bild 25

Im Mittelgrund sind die Tauchkästen für die Vakuum-Dampfstrahler zu sehen. Das aus ihnen abfließende Produkt wird in eigenen Absetzgruben noch einmal von dem Benzol gereinigt.

Im folgenden sollen nun in großen Zügen die einzelnen konstruktiven Teile betrachtet werden. Bei der Besprechung von Kolonnenkonstruktionen kann ich mich, da diese von Herrn Dr. Rohde auf der Tagung der Destiko im Februar 1938 ausführlich beschrieben wurden, auf das Wesentliche beschränken.

Bild 24 zeigt die Ausführung des dreiteiligen 3 m Bodens der Butoldestillation. Der Boden ist für gleichsinnige Rücklauf-führung entworfen, und mit verstellbarem Wehr und verstellbaren Glockenbalken ausgerüstet.

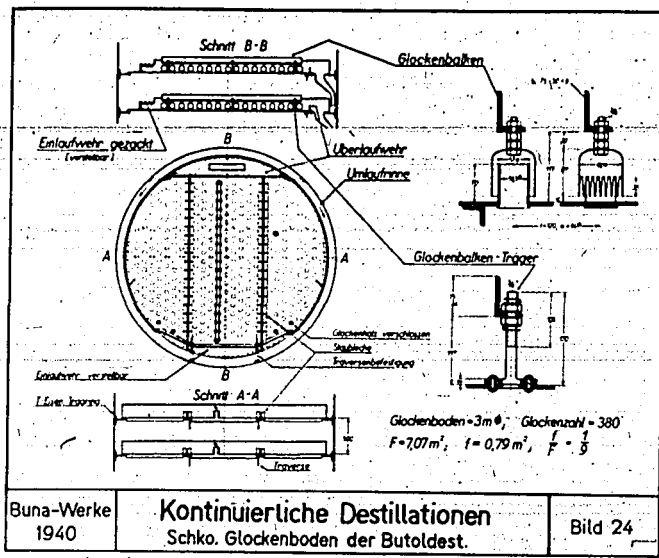


Bild 24

Bild 25 zeigt den Blick in eine 3 m Kolonne von unten.
 Auf die im Bild sichtbaren Traversen werden die einzelnen Bodenteile mit Schrauben befestigt.

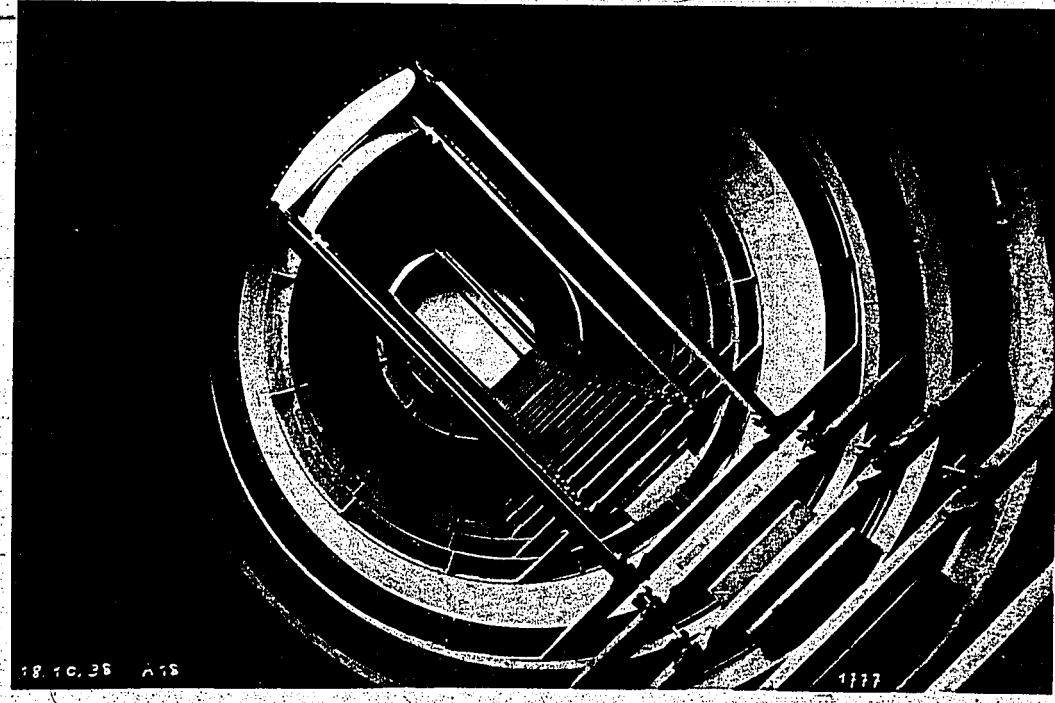
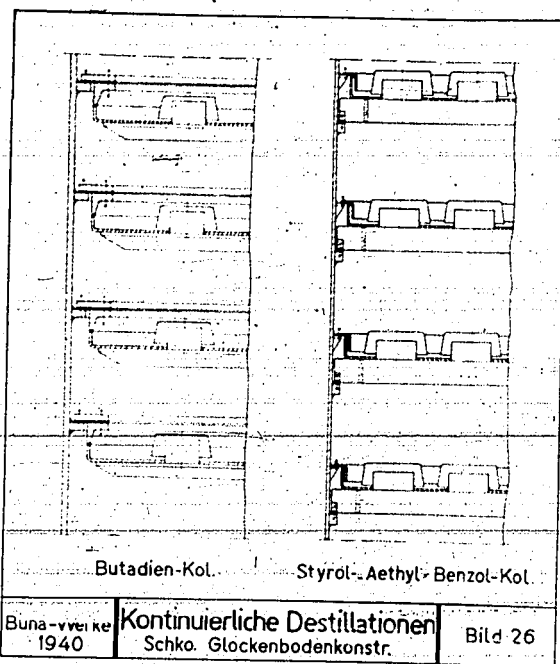


Bild 25

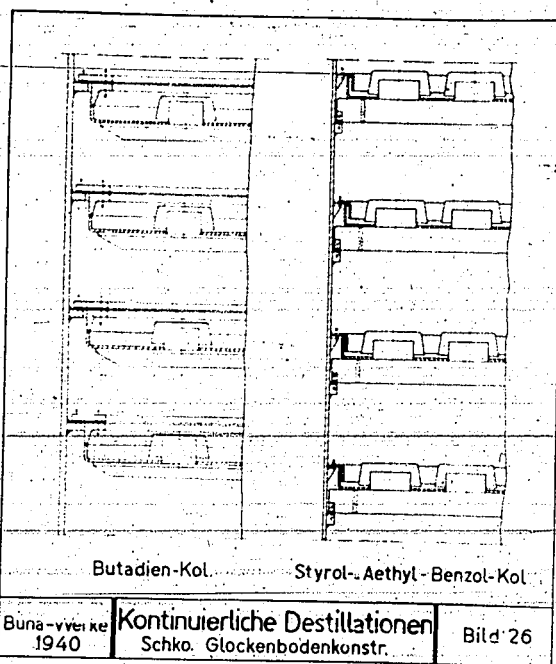
Bild 26 zeigt einen schematischen Schnitt durch die Bodenkonstruktionen der Aethylbenzol- und Styrolkolonnen sowie der Butadienkolonne. Die Böden der Butadienkolonnen sind ungeteilt und werden von oben her in die Kolonnen eingebaut.



Sie sind tassenförmig ausgeführt und werden mittels einer Le-
sche an die in die Rohrkolonnen eingeschweißten Ringe ange-
schraubt. Die Böden der beiden übrigen Destillationen ruhen,
wie aus dem Bild zu erschen ist, auf Traversen, die in die Tür-
me eingesetzt werden, auf. Um ein Durchtreten der Gase durch
Dichtungsstellen zu vermeiden, sind diese nach einem Vorschlag
der Firma Heckmann mit einem dreiteiligen Tauchungsring aus dün-
nem Blech versehen.

Als sogenannte Wiederaufkocher bzw. Verdampfer wurden in den
beschriebenen Destillationen durchweg stehende Röhrenheizkör-
per eingebaut. In den meisten Fällen arbeiten diese mit natür-
lichem Umlauf. Nur bei den zähen Flüssigkeiten der Vakuumkolon-
nen der Butoldestillation war es notwendig, die Verdampfer mit
Zwangsumlauf auszuführen.

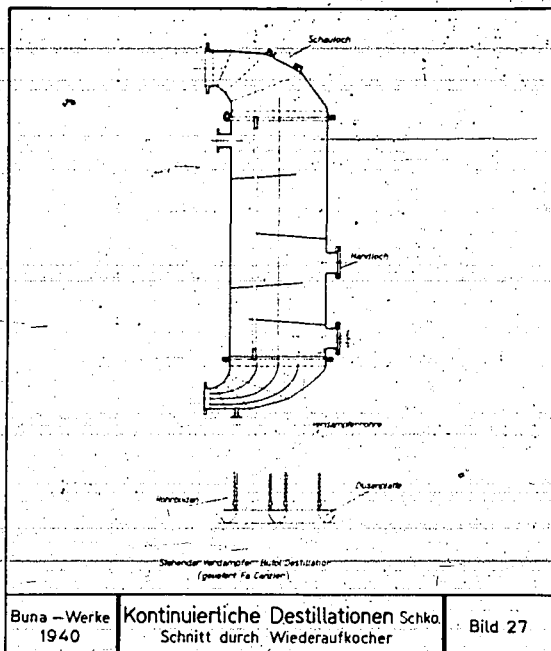
Bild 26 zeigt einen schematischen Schnitt durch die Bodenkonstruktionen der Aethylbenzol- und Styrolkolonnen sowie der Butadienkolonne. Die Böden der Butadienkolonnen sind ungeteilt und werden von oben her in die Kolonnen eingebaut.



Sie sind tassenförmig ausgeführt und werden mittels einer Schraube in die in die Rohrkolonnen eingeschweißten Ringe angeschraubt. Die Böden der beiden übrigen Destillationen ruhen, wie aus dem Bild zu erschen ist, auf Traversen, die in die Türme eingesetzt werden, auf. Um ein Durchtreten der Gase durch Dichtungsstellen zu vermeiden, sind diese nach einem Vorschlag der Firma Heckmann mit einem dreiteiligen Tauchungsring aus dünnem Blech versehen.

Als sogenannte Wiederaufkocher bzw. Verdampfer wurden in den beschriebenen Destillationen durchweg stehende Röhrenheizkörper eingebaut. In den meisten Fällen arbeiten diese mit natürlichem Umlauf. Nur bei den zähen Flüssigkeiten der Vakuumkolonnen der Butoldestillation war es notwendig, die Verdampfer mit Zwangsumlauf auszuführen.

Bild 27 zeigt das schematische Bild eines derartigen Wiederaufkochers.



Zum Zwecke einer besseren Führung der Flüssigkeit ist die untere Haube mit Flüssigkeitsleitblechen versehen. Auf der Heizdampfseite sind ebenfalls Leitbleche angeordnet, die so eingesetzt wurden, daß die Dampfgeschwindigkeit möglichst gleich bleibt. Durch Schrägstellung der Bleche nach der Wandung hin sollte erreicht werden, daß das Kondensat von den Rohren nach der Wand abgeleitet wird.

Bild 28 zeigt die Aufstellung eines derartigen Wiederaufkochers an der Butoldestillation. Die Verdampfer sind nicht in einem eigenen Gerüst aufgehängt, sondern ruhen mit ihren Pratzen auf Säulen auf. Bei dieser Aufhängung ist darauf geachtet, daß möglichst geringe Wärmeausdehnungen auf die Kolonnen übertragen werden. In dem gleichen Bild sieht man über dem Wiederaufkocher den seitlich an die Kolonnen angehängten Vorwärmer. Ebenso erkennt man die Abstützung des vom Kolonnenkopf zum Kondensator führenden Brüdenrohres, das, um die Wärmeausdehnung auszugleichen, mit einer Vorspannung von 50 mm montiert worden ist.

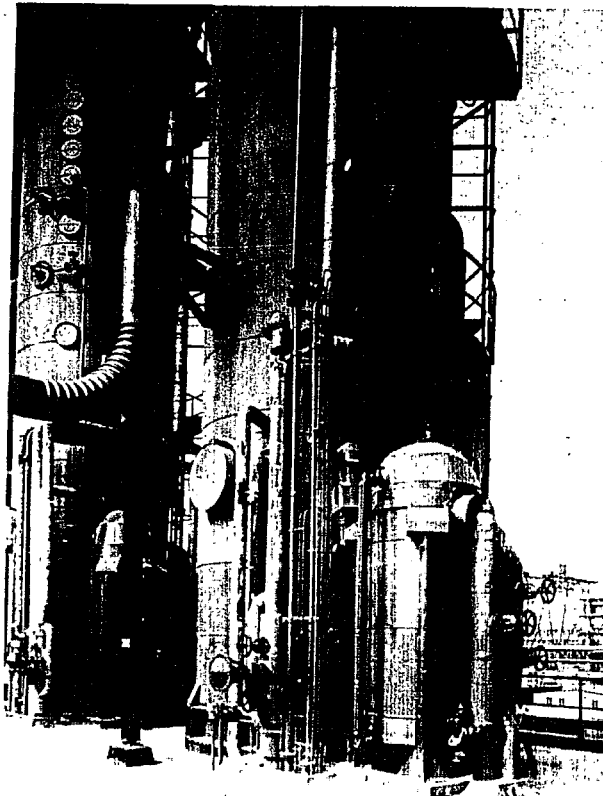


Bild 28

Bild 29 zeigt die Aufstellung der Wiederaufkocher der Butaniendestillation, die in Gerüsten eingehängt durch die Kondensatorbühne hindurchragen. Als letzter Einzelteil soll noch die Konstruktion der Kondensatoren und deren Belüftung besprochen werden.

Das Wesen dieses Kondensators besteht darin, ~~170000~~ ¹⁵⁰ in dem Rohr ablaufenden Flüssigkeiten nicht auf die Mitte des nächsten Rohres, sondern auf die Rohrperipherie herabfließen. Hierdurch wird erreicht, daß die Wasserhaut an den Kondensatorrohren außerordentlich dünn wird. Weiterhin ist bemerkenswert, daß der Kondensator, ähnlich wie ein Dampfturbinenkondensator, mit Dampfgasen ausgerüstet ist. Um die mit den Inertgasen abgehenden Produktmengen möglichst gering zu halten, ist eine eigene Kühlkammer für diese vorgesehen. Außerdem besteht die Möglichkeit, durch Anbringung einer Tauchung im Kondensator das ablaufende Produkt zu unterkühlen. Da die Kondensatoren ^{mit} bis zu 6 Flüssen ausgerüstet sind, wurden im Betrieb hohe Wärmeübergangszahlen erreicht. Im allgemeinen sind die Kondensatoren wegen des aggressiven Seewassers mit Rohren aus Marine-Legierung ausgerüstet. Die Kondensatoren haben sich im Betrieb gut bewährt. Schwierigkeiten sind nur an einigen Apparaten durch Einwalzfehler aufgetreten.

Bild 31 zeigt die Aufstellung eines derartigen Kondensators auf dem Dach der Butoldestillation.

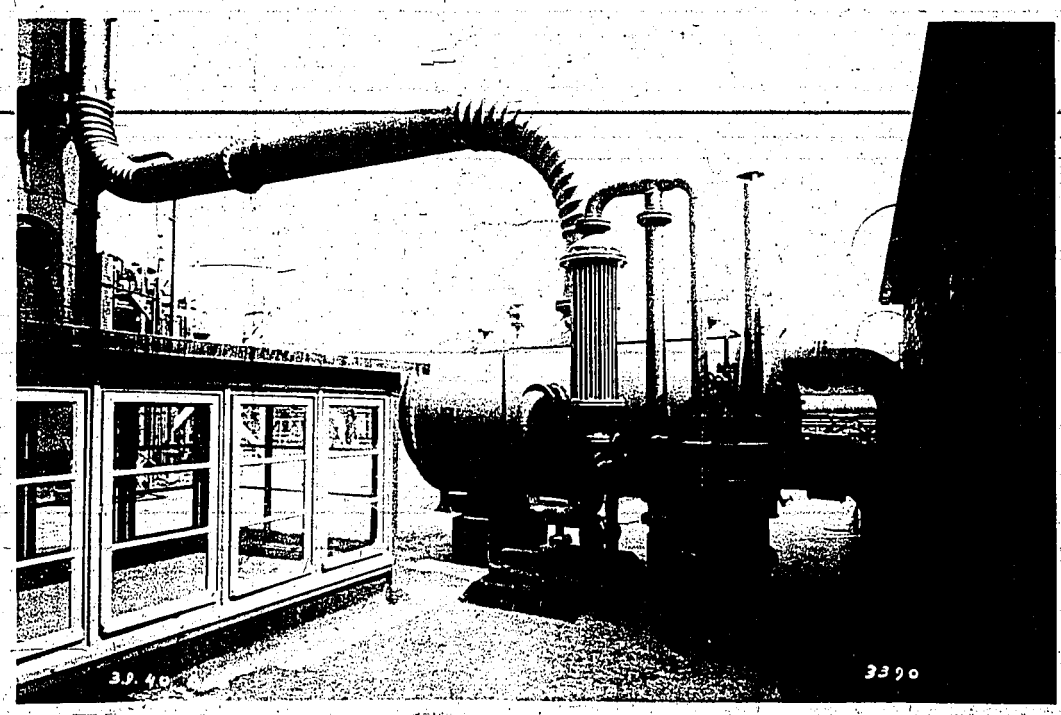


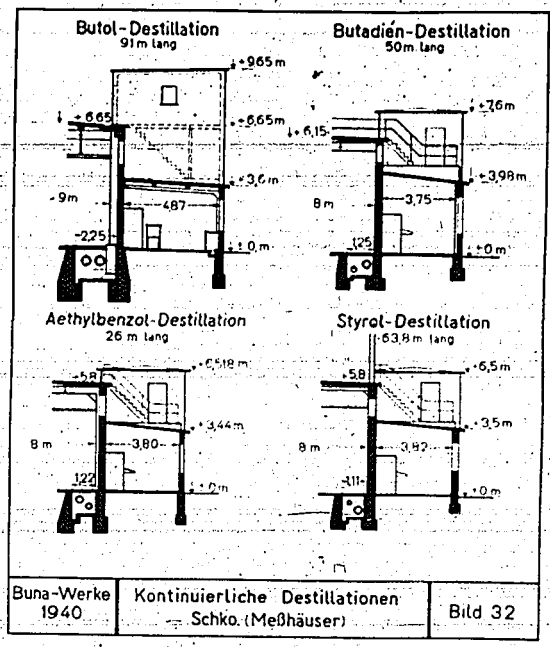
Bild 31

An den in der Mitte erkennbaren Austrittsstutzen aus der Inertgaskühlkammer ist ein Luftröhrenbündel zur Nachkühlung angeschaltet. Hinter diesem Röhrenbündel befindet sich ein Gluckertopf, der für den Stickstoffabschluß der Apparatur sorgt. Um zu verhindern, daß in der Kolonne Überdrücke über 2 m Wassersäule entstehen, ist parallel zu diesem Topf eine 2 m Tauchung angeschlossen.

Betrachtet man nun bei den einzelnen Destillationen die vorgesehenen Reserveaggregate, so zeigt sich, daß diese durch die Sicherheit des Verfahrens den vorhandenen Platz und die Größe der Kolonnen bestimmt wurden. Bei den 3 m Türmen der Butoldestillation wurden nur zwei Reservekolonnen bestellt. Bei der großen Länge der Destillation von 91 m hätte nämlich schon die Aufstellung einer 50%-Reserve, (also von 4 Kolonnen) die Anordnung der Kolonnen in zwei Reihen erzwungen. Dies hätte sehr schwierige Licht-, Belüftungs- und Montageverhältnisse hervorgerufen. Der Betrieb der Destillation mit einer für dreimal 50% der Normalleistung ausgelegten Apparatur wäre mit den sich daraus ergebenden 21 Kolonnen praktisch unausführbar und finanziell untragbar geworden. Die Erstellung von nur zwei Reservekolonnen konnte auch deswegen ohne weiteres gerechtfertigt werden, da das Verfahren auf der Butolseite vom ersten Aussehen einwandfrei durchgearbeitet war, sodaß wenigstens für das Hauptprodukt nicht mit Schwierigkeiten gerechnet werden mußte. Die Butadiendestillation dagegen wurde wegen der Neuheit des Verfahrens und der geringen Kolonnendurchmesser mit einer 100%-Reserve ausgestattet. Bei der geringen räumlichen Ausdehnung der Methylbenzoldestillation konnte ebenfalls ohne Schwierigkeiten eine doppelte Aufstellung der Hauptkolonnen vorgenommen werden. Die Styroldestillation, bei der die Gefahr der Verstopfung der Kolonnen durch Polymerisation bei der Projektierung im Vordergrund stand, mußte ebenfalls mit einer größeren Reserve ausgestattet werden. Man stellte darum eine Apparatur auf, mit der man 3mal 50% der Normleistung erzeugen kann. Der Vorteil dieser Anordnung war, außer der Gewinnung einer genügenden Reserve die Verringerung der Durchmesser der Kolonnen durch die nur 50% Beaufschlagung.

Hierdurch konnten die Böden dieser Kolonnen, da sie zur Vermeidung von Polymerisationen verzinkt werden mußten, leichter in den Zinnbädern Platz finden. So kommt es, daß in der Styroldestillation stets 1/3 Apparatur in Reserve steht, während 2 Aggregate mit 50% Leistung parallel gefahren werden.

Vergleicht man nun zum Schluß die Bauarten der vier Destillationen, so sieht man, daß für diese die gleichen Grundzüge bei der Konstruktion maßgebend waren, jedoch machten die jeweiligen Umstände eine vollkommen gleiche Bauweise unmöglich. So war es bei der Butoldestillation möglich, da keine Polymerisationsgefahr vorhanden ist und Elmopumpen anstelle von Strahlern zur Vakuumerschöpfung verwendet werden können, die Kondensatoren direkt auf das Pumpenhausdach aufzusetzen, während bei der Styroldestillation eine eigene Kondensatorbühne von 12.50 m-Höhe sich nicht vermeiden ließ. Auch die Ausbildung der Kolonnenfundamente konnte aus demselben Grunde nicht einheitlich vorgenommen werden, da sowohl bei der Butadiendestillation als auch bei der Styroldestillation die Kolonnensümpfe abnehmbar gestaltet werden mußten, während bei den beiden übrigen Destillationen hierauf verzichtet werden konnte. Auch für das Verschließen des Pumpenhauses konnte keine allgemein gültige Vorschrift festgelegt werden, da es sich zeigte, daß für bestimmte Produkte, wie Benzol, es sehr empfehlenswert ist, wenn das Pumpenhaus im Winter abgeschlossen werden kann. An anderen Stellen, z.B. in der Butoldestillation, mußte, obwohl die Möglichkeit zu dieser Maßnahme vorgesehen wurde, darauf verzichtet werden, da es sich herausgestellt hat, daß die Dämpfe einzelner Produkte physiologisch ungünstige Wirkungen auf die Belegschaft ausüben. Vergleicht man nun zuletzt die Ausführung der einzelnen Meßhäuser auf Bild 32, so zeigt sich, daß bei langen Destillationen ein Raum von 5 m Breite bei Anordnung von Meßtafeln und Laboratoriumstischen an den beiden Seiten des Hauses vorteilhaft ist. Bei kürzeren Destillationen ist es jedoch ohne weiteres möglich, auch mit Breiten bis zu 4 m auszukommen.



Die Höhe der Meßhäuser richtet sich weitgehend nach der Breite der Pumpenstuben und demit deren Lichtbedarf. Wie die Anlagen ergeben, reicht im allgemeinen eine Höhe des Pumpenhauses von 3.60 m auch bei größeren Längen ohne weiteres aus.

Zum Schluß muß festgestellt werden, daß sämtliche bei der Konstruktion der Destillationen entwickelten Grundsätze sich bisher im Betrieb bewährt haben, was sich darin ausdrückt, daß weder an den Bauten, noch an den Aggregaten bzw. Konstruktionsteilen wesentliche Störungen im Laufe der ca. 2jährigen Betriebszeit aufgetreten sind.

gez. Dr. Ammann.