

14. 11. 1942

000426

Herren Professor M a r t i n
Dr. H a g e m a n n
Dipl. Ing. Stuhlpfarrer
Dr. K o l l i n g

Bericht über die Entwick-
lung der Apparatur zur Katalytischen Spaltung.

Im September 1941 wurden die Arbeiten über Katalytische Spaltung im Labor von Dipl. Ing. Stuhlpfarrer übernommen. Die apparative Seite der Arbeiten ist zum letzten Mal im Bericht über die Katalytische Spaltung von K. F. vom 31.5. 40 dargestellt worden. Inzwischen ist die Apparatur in Zusammenarbeit mit Dr. Kolling verbessert und vergrößert worden.

Bisher waren nur Kurzversuche von etwa 2 Stunden Dauer durchgeführt worden. Es hat sich jedoch gezeigt, dass 2 Stunden kein richtiges Bild über die Aktivität eines Kontaktes geben, da zuerst meist ausgesprochene Spitzenaktivität beobachtet wird, die später stark abfällt, und die keinerlei Rückschlüsse auf die Eignung des Kontaktes für den technischen Betrieb zulässt, wo der Aktivitätsverlauf über viele hundert Stunden entscheidend ist. Auch die Laborversuche wurden daher auf 400 - 500 Stunden ausgedehnt. Das war in der bisherigen Apparatur nicht möglich, zumal mehrere Kontakte gleichzeitig geprüft werden mussten. Die Aufarbeitung der Endprodukte während der Versuchsfahrt musste aufgegeben werden. Die Endprodukte werden bei der neuen Anordnung als Kondensat und das Gas aufgefangen und zur Analyse der gasanalytischen Abteilung übergeben.

Frühere Versuche hatten gezeigt, dass Reaktionsrohre aus Aluminium nach einiger Zeit aktiviert werden und die Spaltung beeinflussen. Dagegen war quarz viel besser geeignet. So wurde z.B. bei einem Versuch, bei dem quarzschiffen anstelle des Kontaktes in das Reaktionsrohr gefüllt wurden, unter Bedingungen wie sie denjenigen der LT-Anlage entsprechen, nämlich 500°C und 12 % KOH-Dieselöl-Belastung plus 12 % Wasser, also gleichviel cm³ Öl und Wasser, eine Umwandlung von 4 % gefunden.

Die früher ausserhalb des Reaktionsrohres, in einem besonderen Ver-gaser, durchgeführte Verdampfung und Aufheizung fand jetzt im oberen Teil des Reaktionsrohres in einem eingeschobenen Aluminiumrohr mit enger Bohrung statt.

Die Gasprobenahme wurde verbessert. Das Gas durfte möglichst nicht mit Frischwasser in Berührung kommen. Die Durch-schnittsprobe muss aus der gesamt anfallenden Gasmenge, die im Gasometer aufgefangen wird, gezogen werden. Aus einem strömenden Gas gezogene Gasproben sind in unserem Falle kein wirklicher Durchschnitt, weil das Gas während der Reaktion ungleichmässig anfällt. Das weitere muss die Automatik zuverlässig sein. Alle oben geforderten Bedingungen werden in der neuen, weiter unten beschriebenen, Probenahme erfüllt.

Damit 3 Kontaktrohre gleichmässig und gleichzeitig gefahren werden konnten, wurde von Dr. Frank ein sogenannter 3-Bohr-Aluminiumblock-Ofen vorgeschlagen. Der Ofen war nicht nur für Spaltversuche vorgesehen, sondern konnte überall dort verwendet werden, wo katalytische Reaktionen, wie Dehydrieren, Aromatisieren usw. durchgeführt wurden. Der Ofen bestand aus 25 cm langen Al-Zylindern, die 3 genormte Bohrungen zur Aufnahme der Kontaktrohre und entsprechende Bohrungen für Thermoelemente und Luftpolster besaßen. Mehrere solcher Zylinder konnten aneinander gefügt werden, bis die gewünschte Heizlänge erreicht war. Die Normung der Ofen bezweckt, dass von einer Abteilung abgestellte Ofen von einer anderen Abteilung weiter benutzt werden können, da je die Kontaktrohre ebenfalls genormt wurden. Um jeden 25 cm hohen Al-Zylinder war eine gesonderte elektrische Heizung gewickelt, sodass der ganze Ofen in mehreren Zonen beheizt wurde. Dadurch wurde es möglich, Verschiedenheiten in der Wärmeabstrahlung auszugleichen oder falls der Ofen in Stufen geheizt werden sollte, die einzelnen Zonen auf die gewünschte Temperaturstufe zu bringen. Der Ofen war nach aussen mit Schlackenwolle gegen Abstrahlung isoliert und mit verzinktem Eisenblech verkleidet. In die Bohrungen des Al-Blockes waren Eisenrohre mit vergossen, so dass beim Weichwerden des Aluminiums in der Nähe des Schmelzpunktes der Ofen inneren Halt hat.

Da der Wasserdruck für die Kühler stark schwankt kann durch Rostabscheidung vor den Ventilen das Kühlwasser leicht ausfallen. Die Kühler werden dann warm und erfüllen nicht mehr ihren Zweck, sodass so dass auch schwerer siedende Anteile in's End-

gas gelangen. Es wurde darum ein Kühlwasserwächter gebaut, der beim Nachlassen der Wassermenge ein Glockensignal gibt.

Bei den Versuchsfahrten, die in Wechselschicht durchgeführt wurden, gab es wiederholt hohe unausgewiesene Verlust oder das Endgas enthielt viel Luft oder die Reproduzierbarkeit war mangelhaft. Es konnte dann nie entschieden werden, ob äussere Umstände schuld waren, oder ob die Beaufsichtigung durch die Hilfskräfte nicht gewissenhaft durchgeführt war. War schliesslich die Fahrweise als falsch erkannt, so wollte weder die Tag- noch die Nacht- oder Mittagschicht den Fehler begangen haben. Der gebaute, automatische Endgasschreiber gibt auf einem Diagramm Auskunft über die Menge des Endgases in jeder Reaktion, über die Gleichmässigkeit des Gasanfalles innerhalb der Reaktion, genauen zeitlichen Anfang und Ende der Reaktion, und ob die Endgasleitung während der Regenerierung dicht verschlossen war. Die genaue Wirkungsweise ist im Bericht vom 10.6.42 (J.-Nr.42/6/6) "Vakuumschreiber bzw. Druckschreiber" beschrieben.

Beschreibung der jetzigen Apparatur.

Jeder der beiden Ofen enthält 3 Reaktionsrohre. Es ist ausreichend, wenn eines davon beschrieben wird, da die Rohre untereinander völlig gleich sind.

In die Trichter (1a) (1b) wird das Wasser bzw. Öl eingefüllt und durch Drehen des Glashahnes (2) in die Büretten (3) überführt, dabei wird am Ventil (4) entlüftet. Nach der Füllung wird der Hahn (2) umgeschaltet, so dass ein konstanter Luftdruck auf dem Büretteninhalt ruht. Der Luftvordruck wird durch das Kontaktmanometer (5) konstant gehalten. Bei Abfall des Druckes wird ein Kontakt geöffnet und über den Ruhestromregler (6) das Magnetventil (7) so lange geöffnet, bis der Söldruck eingestellt ist. Das dazwischen geschaltete 5-Litergefäss (8) setzt die Schaltdauerigkeit herab. Am Tropfen (9) wird die Regelmässigkeit des Einsatzes beobachtet und reguliert. Bei Versinken des Tropfers wird über die Ventile (10) und (11) das Öl entweder in den Ofen gedrückt oder über (11) herausgenommen. Durch die Leitung (12) wird das Öl und Wasser in den Ofen geleitet. Durch die Quarzkappe (13) tropft das Öl-Wassergemisch in den Al-Vergaser (14) und gelangt als Dampf in den Kontaktraum (15), der mit genau 300 cm³ Kontakt von der Korn-

grösse 1 - 3 mm gefüllt ist. Am Ende des Quarzrohres ist etwas Al-Wolle (16) eingelegt, um den Kontakt zu tragen und um den toten Raum mit Übergangstemperaturen auszufüllen. 3 Kontaktrohre stecken in einem gemeinsamen Al-Block (17), der aus 4 Teilzylindern besteht. Durch den Al-Block tritt keine örtliche Überhitzung durch die elektrische Heizung an ein. Die Heizung wird durch 4 Vorwiderstände (18) reguliert und vom Temperaturschreiber (19) notiert. Der Ofen ist mit Schlackenwolle (20) gegen Wärmestrahlung isoliert und mit verzinktem Eisenblech verkleidet (21). Am Kopf des Reaktionsrohres ist eine Nebenleitung (22) angeschlossen, durch die beim Ausspülen bzw. Regenerierung des Kontaktes Stickstoff bzw. Luft hineingegeben wird. Die Umwandlungsprodukte werden im Kühler (23) abgekühlt, so dass das Kondensat in das darunter befindliche Gefäss (24) tropft. Mit Pressluft (25) wird das Kondensat am Schluss der Fahrt über den Heber (26) herausgeholt.

Um das Aussetzen des Kühlwassers zu bemerken, wurde ein Kühlwasserwächter (27) angeschlossen. Das Wasser wird mit einer Quetsche (28) zum grösseren Teil gedrosselt, so dass es über den Bogen (29) abfliessen muss. Dabei wird der Quecksilberstand in einem seitlich angeschmolzenen Manometerschenkel (30) verschoben und der Kontakt, welcher den Klingelstrom (31) schliesst, unterbrochen. Fliesst zu wenig Wasser, so wird der Bogen (29) leer stehen und das Quecksilber schliesst den Klingelstrom.

Bei Reaktion ist ein Ventil (32) geschlossen dagegen Ventil (33) geöffnet. Das Endgas erzeugt am Kontaktmanometer (34) einen Kontaktschluss, so dass über den Arbeitsstromschützer (35) ein Magnetventil (36) geöffnet wird und den Überdruck in den 20 Liter grossen, evakuierten Gasometer (37) abströmen lässt. Die Endgasmenge wird am Vakuummeter (38) abgelesen und über den Vakuum-schreiber (39) notiert. Bei Regenerierung wird Ventil (32) und (33) verändert, so dass Luft durch die Lauge-Frittenflaschen (40) und (41) hindurchstreicht und der ausgebrannte Kohlenstoff als Karbonat aufgefangen und titriert werden kann.

10-Fuhröfen.

Sollte ein Versuchsprogramm bewältigt werden, das aus Prüfung von Patentanmeldungen bzw. Patenten und aus eigener Forschungsarbeit bestand, so waren 6 Kontaktrohre nicht ausreichend. Die besondere Schwierigkeit war aber die Personalfrage. Es musste

Es musste eine Ofenkonstruktion fertiggestellt werden, bei der eine grössere Anzahl an Kontaktrohren von einem einzigen Mann gefahren werden konnte. Das war mit Handbüretten unmöglich. Dosierungspumpen und andere Vorrichtungen hatten bei der kleinen Einzelsatzmenge sich nicht bewährt. Es wurde schliesslich eine automatische Bürette entwickelt bei der 20 Büretten mühelos von einem Mann beaufsichtigt werden konnten. Damit war der Bau eines 10-Rohr-Ofens möglich geworden. Die Anordnung ist sehr ähnlich derjenigen im 3-Rohr-Ofen. Die Beschreibung kann sich daher auf die automatischen Büretten beschränken. Durch die Wasserleitung(42) fliesst dauernd Wasser in das Überlaufgefäss(43) mit der Überlaufleitung(44). Durch die Leitung(45) fliesst eine konstante Wassermenge, reguliert am Ventil(46), über Rohrleitung(47) in das 2,5 m hohe Eisenrohr(48). Ist das Auslaufventil(49) geschlossen, dann staut sich das Wasser pro Zeiteinheit um dieselbe Höhe, so dass das Quecksilber aus dem Gefäss(50) und (51) in die Ölbüretten(52) bzw. Wasserbüretten(53) gedrückt wird, indem das Öl bzw. Wasser in die Reaktionsrohre geschoben wird. Das Wasser beginnt etwas früher und beendet den Einsatz etwas später, so dass Vor- und Nachspülung mit Wasser vorhanden ist. Während der Regenerierung wird der Weg zu den Reaktionsrohren abgesperrt und mit Luft regeneriert. In der gleichen Zeit wird das Ventil(49) geöffnet, das gestaute Wasser läuft ab, das Quecksilber fällt aus den Büretten zurück, so dass aus den Vorratsgefässen Öl(54) und Wasser(55) in die Bürette gelangt und sie für die nächste Reaktion füllt. Näheres siehe Bericht vom 26.6. 42 (J.-Nr.42/6/19) "Automatische Bürette".

Das Öl-Wassergemisch gelangt durch die Leitung(12) in den Reaktionsofen(15). Das Endgas wird im Gasometer(37) aufgefangen während das Kondensat im Gefäss(24) gesammelt wird. Die 10 Leitungen mit Regenerierluft führen zu 2 Sammelabgasleitungen(56).

Page/Image
Missing