

Ruhrchemie-Aktiengesellschaft
Oberhausen-Holten

Abt. HL-Kal/Ke
Nr. 42/11/42

Sekretariat Hg.	
Empfang:	30.11.42
Verf. Nr. 23	2.2.02/1
Abw. Nr.	

Herrn Professor H a r t e r
Dr. H a g e m a n n
Dipl. Ing. Stuhlfarrer
Dr. K o l l i n g

Bericht über die Entwicklung der Apparatur zur katalytischen Spaltung.

Im September 1941 wurden die Arbeiten über katalytische Spaltung im Labor von Dipl. Ing. Stuhlfarrer übernommen. Die apparative Seite der Arbeiten ist zum letzten Mal im Bericht über die katalytische Spaltung von K.W. vom 11.5.40 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 Laherversuche werden daher auf 400 - 500 Stunden ausgedehnt. Das war in der bisherigen Apparatur nicht möglich, einmal mehrere Kontakte gleichzeitig geprüft werden mussten. Die Aufarbeitung des Endprodukts 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 Quarzschichten anstelle des Kontaktes in das Reaktionsrohr gefüllt wurden, unter Bedingungen wie sie denjenigen der II-Anlage entsprechen, nämlich 500°C und 12% RGH-Dieselöl-Blasung plus 12% Wasser, eine 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 obe-
 ren 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-
 schnittprobe muss aus der gesamt anfallenden Gasmenge, die im Gase-
 meter aufgefangen wird, gezogen werden. Aus einem strömenden Gas ge-
 zogene Gasproben sind in anderen Fällen kein wirklicher Durchschnitt,
 weil das Gas während der Reaktion ungleichmässig anfällt. Des weite-
 ren muss die Automatik zuverlässig sein. Alle oben geforderten Be-
 dingungen werden in der neuen, weiter unten beschriebenen Probenah-
 me erfüllt.

Die Reaktionsrohre gleichzeitig und gleichzeitig
 gefahren werden können, wurde von der Firma ein sogenanntes 3-Rehr-
 Aluminiumrohr vorgesehen, bei dem wie nicht nur für Spalt-
 versuche vorgesehen, sondern können überall dort verwendet werden,
 wo katalytische Reaktionen, wie Dehydrieren, Aromatisieren usw. durch-
 geführt werden. Der Ofen besteht aus einem langen Rohr, die
 geeignete Bohrung zur Aufnahme der Reaktionsrohre und Entsprechun-
 gen für Thermoelemente und Gasometer befinden. Mehrere
 solcher Rohre können hintereinander benutzt werden, wie gewünscht
 die Rohrlänge entspricht der Länge der Reaktionsrohre, dass von
 keiner Verbindung angelegte Rohre von einer anderen Verbindung weiter
 abwärts gehen können. Das Material der Reaktionsrohre oder des Ofens war
 ein 25 cm Durchmesser und ein halbes Meter Länge, eine geschweißte elektr.
 Reaktionsrohre, die aus einer geschweißten Reaktionsrohre besteht
 wird, das Material der Rohre verschieden, wie in der Wärmeab-
 führung ausgenommen oder wenn der Ofen in einem Ofen abgebaut wer-
 den sollte, die Rohre können abgebaut auf verschiedenen Temperaturstufe
 zu bringen, der Ofen war dann ausserdem mit Schlackenwolle gegen Ab-
 strahlung isoliert und mit verbleibendem Aluminium verbleibt. In die
 Bohrungen des Aluminium waren Reaktionsrohre eingefügt, so dass beim
 Wechselt der Rohrlänge in der Nähe des geschlossenen der Ofen
 erhalten bleibt.

Der Wasserversorger für die Rohre stark schwankt
 kann durch Verstaubung vor den Ventilen das Frischwasser leicht
 ausfallen. Die Kühler werden dann warm und erfüllen nicht mehr ih-
 ren Zweck, sondern so dass auch schwerer siedende Anteile in's End-

bei den Versuchsfahrten, die in Nachschicht durchgeföhrt werden, gab es wiederholt hohe unangelegene Verluste oder das Gas enthält viel Luft oder die Reproduzierbarkeit war ungenügend. Es konnte auch die Temperatur der Reagenzien nicht genau kontrolliert werden, oder die Reagenzien durch die Hilfsstoffe nicht genügend gereinigt waren. War schließlich die Reagenzien als falsch erkannt, so wollte weder die Reagenzien noch die Hilfsstoffe den Fehler begangen haben. Der gebaute, automatische Analysenapparat gibt auf einem Diagramm Auskunft über die Menge des Gases in jeder Reaktion, über die Gleichmäßigkeit des Gasflusses innerhalb der Reaktion, seinen zeitlichen Anfang und Ende der Reaktion, und ob die Gasableitung während der Regenerierung nicht verschlossen war. Die genaue Wirkungsweise ist im Bericht vom 10.6.42 (S.-N. 42/6/6) beschrieben bzw. Druckschreiber beschrieben.

Beschreibung des Analysenapparates

Jeder der beiden Öfen enthält 1 Reagenzröhre. In der Reagenzröhre, wenn diese davon beschrieben wird, da die Reagenzröhre völlig isoliert ist.

In die Reagenzröhre (1) wird das Wasser bzw. Öl eingeföhrt und durch Erhitzen des Analysen (2) in die Reagenzröhre (1) übergeföhrt. Nach der Föhlung wird am Ventil (4) entlüftet. Nach der Föhlung wird am Ventil (2) entlüftet, so dass ein konstanter Luftdruck in der Reagenzröhre (1) herrscht. Der Luftdruck wird durch das Kontaktventil (3) konstant gehalten. Bei Ablauf des Druckes wird ein Kontakt gestrichelt, und über den Magnetventil (5) das Magnetventil (7) so lange gestrichelt, bis der Luftdruck eingestellt ist. Das Magnetventil (7) ist mit einem 2-Litergefäß (8) verbunden, die Schaltheufigkeit durch ein Tropfenventil (9) wird die Regelmäßigkeit des Einflusses beobachtet und reguliert. Bei Versinken des Tropfens wird über die Ventile (10) und (11) das Öl entweder in den Ofen (12) oder über (11) durch den Analysen (12) wird das Öl und Wasser in den Analysen (13) geföhrt das Öl-Wasser-Gemisch in den Analysen (14) und geföhrt als Dampf in den Kontaktventil (15), der mit einem Kontaktventil von der Reagenzröhre verbunden ist.

grünse 1 - 3 mm gefüllt ist. Am Ende des Quarzrohres ist etwas Al-
 Wolle (16) eingeklebt, um den Kontakt zu tragen und um den freien Raum
 mit Übergangstemperaturen auszufüllen. 3 Kontaktrohre stecken in
 einem gemeinsamen Al-Block (17), der aus 4 Teilkylindern besteht.
 Durch den Al-Block tritt keine örtliche Überhitzung durch die elek-
 trische Heizung zu ein. Die Heizung wird durch 4 Vorwiderstände (18)
 reguliert und von Temperaturschreiber (19) notiert. Der Ofen ist mit
 Schmelzwolle (20) gegen Wärmestrahlung isoliert und mit vernick-
 tem Zinnblech verkleidet (21). Im Kopf des Reaktionsrohres ist eine
 Nebenleitung (22) angeschlossen, durch die beim Anstellen bzw. Rege-
 lerung des Kontaktes Stickstoff bzw. Luft hineingelassen wird.
 Die Umwandlungsprodukte werden im Kühler (23) abgekühlt, so dass das
 Kondensat in das darunter befindliche Gefäß (24) fließt. Mit Propa-
 n (25) wird das Kondensat am Schluss der Fahrt über den Heber (26)
 herausgeholt.

Um das Ansetzen des Kühlwassers zu bemerken,
 wurde ein Kühlwasserpfeifer (27) angeschlossen. Das Wasser wird mit
 einer Quetsche (28) zum grösseren Teil gedrückt, so dass es über
 den Regen (29) abfließen kann. Dabei wird das Quetschband in
 einem seitlich angeschmolzenen Nahrungsmittel (30) verschoben
 und der Kontakt, welcher den Klingelstrom (31) abschaltet, unterbro-
 chen. Fließt zu wenig Wasser, so wird der Regen (29) leer stehen
 und das Quetschband schließt den Klingelstrom.

Bei Reaktion ist ein Ventil (32) geschlossen
 und ein Ventil (33) geöffnet. Das Vakuum erzeugt am Kontaktsch-
 alter (34) einen Kontaktschluss, so dass über den Arbeitsstrom
 ein Magnetventil (35) geöffnet wird und der Überdruck in den
 25 Liter grossen evakuierten Reaktor (36) einströmt. Die
 Reaktorbrücke wird am Vakuummeter (37) angeschlossen und über das Vakuum-
 meter (38) notiert. Bei Regulierung wird Ventil (32) und (33)
 verkehrt, so dass Luft durch die Lange-Fritten-Lampe (39) und (41)
 hindurchströmt und der ausgeatmete Kohlenstoff als Kondensat auf-
 gefangen und titriert werden kann.

10. Diskussion:

Alle in dem Versuchsprogramm bewährten
 sind aus Erfahrung von Fehlerrisikungen her zu bewerten und sind eigener
 Forschungsarbeit wertvoll. Im ganzen 4 Kontaktrohre sind ausreichend.
 Die geringste Schwierigkeit war chemie die Reaktorbrücke zu bauen

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 Einmischung 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 steigt 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 Hinmarsch 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 fähig ist. Näheres siehe Bericht vom 26.6. 42 (S.-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).

Kalyppe



462



