

leicht zugänglich ist. Stellt man dagegen die Kühl- oder die Heizrohre senkrecht, so ist ein gleichmässiges Einfüllen des Katalysators unter Luftabschluss schwierig.

Es wurde nun gefunden, dass man die genannten Umsetzungen ganz allgemein, d.h. auch solche in Abwesenheit eingefüllter fester Katalysatoren stattfindende Umsetzungen, sehr vorteilhaft ausführen kann, wenn man bei Verwendung horizontaler oder schwach geneigter Kühl- oder Heizrohre die Umsetzungskammer nur auf der einen Seite unterstützt. Zweckmässig ordnet man dabei die um den Umsetzungsraum gelegte Hülle so an, dass sie selbst nicht unmittelbar unterstützt wird, sondern von dem unterstützten Teil der Kammer frei abnehmbar ist.

Geeignete Ausführungsformen der so getroffenen Vorrichtung sind in der beiliegenden Zeichnung dargestellt.

Abb.1 zeigt eine Vorrichtung, bei der die Kühl- oder Heizrohre 2a an dem frei tragenden Ende geschlossen sind und die Kühl- oder Heizflüssigkeit durch engere, in die Kühl- oder Heizrohre eingeführte Tauchrohre 2b zugeleitet wird, wie in dem Patent.....

(Anmeldung I. vom gleichen Tage, unser Zeichen OZ. 13 716) näher erläutert. Die Rohre 2a werden durch in geeignetem Abstand angebrachte Zwischenwände 1 so miteinander verbunden, dass eine sich selbst und die Katalysatorfüllung tragende Konstruktion entsteht, (ohne dass eine zusätzliche, das Rohrbündel tragende Hilfskonstruktion erforderlich wäre). Dabei können die Rohre 2a in die-

sen Zwischenwänden durch Walzen, Aufdornen, Schweissen oder eine ähnliche Verbindung befestigt werden. Die Hülle 10 wird bei dieser Vorrichtung zweckmässig / an den äusseren Seitenwänden 11 und zwar leicht abnehmbar befestigt (Hilfskonstruktionen zur Stützung der Hülle sind nicht erforderlich), damit bei der Entfernung des Katalysators 3 der ganze Katalysatorraum von allen Seiten frei zugänglich ist. Die umzusetzenden Stoffe werden durch den Stutzen 4 zugeführt, die Reaktionsprodukte verlassen die Kammer durch den Stutzen 5. Die Kühl- oder Heizflüssigkeit gelangt durch den Stutzen 6 in die Rohre 2 b und tritt nach Durchfliessen der Rohre 2a durch den Stutzen 7 wieder aus. Die Vorrichtung wird durch den Fuss 8 am Fundament 9 befestigt. Es ist vorteilhaft, wie in dieser Abbildung gezeigt, die Zuführungs- und Abführungsleitungen für die Kühl- oder Heizflüssigkeit sowie für die umzusetzenden Stoffe und die Reaktionsprodukte auf der unterstützten Seite der Kammer anzubringen, weil dann nach Wegnahme der Kammerhülle zwecks Zuführens oder Entfernens des Katalysators sämtliche Leitungen angeschlossen bleiben können.

Die beschriebene Vorrichtung ist für die Durchführung von Umsetzungen bei gewöhnlichem oder wenig erhöhtem Druck, z.B. bis zu einem Überdruck von einer halben Atmosphäre, geeignet. Soll bei höheren Drucken gearbeitet werden, so legt man um den Umsetzungsraum zweckmässig einen drucktragenden Mantel, wie er in Abb.2 der Zeichnung gezeigt ist (siehe die Umhüllung 30). Die Vorrichtung nach dieser Abbildung unterscheidet sich von der nach Abb.1 noch dadurch, dass die Kühl- oder Heizflüssigkeit nicht durch enge Tauchrohre in die Kühl- oder Heizrohre gelangt, sondern durch das Rohr 31, das sich von der Zuführung aus dem Stutzen 26 bis zu der Kapsel 32 am entgegengesetzten Ende des Katalysatorraumes erstreckt.

Die Kühl- oder Heizrohre sind dementsprechend auch nicht an diesem Ende geschlossen, sondern offen. Diese Anordnung für die Zuführung der Kühl- oder Heizflüssigkeit ist nicht notwendig für das Arbeiten unter erhöhtem Druck; man kann hierfür ebensogut eine Vorrichtung verwenden, die mit einem drucktragenden Mantel, wie die nach Abb.2, und mit Kühl- oder Heizrohren gemäss Abb.1 versehen ist. Diese Ausführungsformen mit drucktragendem Mantel sind für beliebig erhöhte Drucke, z.B. 8, 10, 25, 50 at oder noch höhere Drucke, wie 100, 200, 500 oder 1000 at, verwendbar.

Der Umlauf der Kühl- oder Heizflüssigkeit kann mittels einer Pumpe besorgt werden. Verwendet man als Kühlmittel eine verdampfende Flüssigkeit, so kann der Umlauf auch durch die hierbei eintretende Dampfblasenbildung bewirkt werden. Man stellt hierzu die Kammer zweckmässig etwas geneigt, so dass das gestützte Ende etwas höher steht. Die in den Kühlrohren gebildeten Dampfblasen steigen dann aufwärts, während neue Kühlflüssigkeit in dem Maße der Verdampfung nachströmt.

Die beschriebene Vorrichtung ist für die Durchführung aller Umsetzungen geeignet, die in der Gas- oder Flüssigkeitsphase stattfinden und bei denen Wärme zugeführt oder abgeleitet werden muss. Besonders vorteilhaft wird sie bei der Umsetzung von Kohlenoxyd mit Wasserstoff zu mehrgliedrigen Kohlenwasserstoffen, gegebenenfalls neben erheblichen Mengen von flüssigen und festen Sauerstoffderivaten von Kohlenwasserstoffen, z.B. gemäss dem Patent.....(Anmeldung I.70 151 IVd/12o vom 4.August 1941) verwendbar. Man kann hierbei in der flüssigen Phase ebenso wie in der Gasphase arbeiten. Im ersten Fall kann der Katalysator auch im flüssigen Medium suspendiert sein. Man kann die Vorrichtung aber auch für andere Umsetzungen, z.B. für die Anlagerung

von Kohlenoxyd an Methanol zur Erzeugung von Essigsäure oder für Hydrierungen, benutzen, ebenso kommt sie auch für Umsetzungen in Betracht, die in Abwesenheit von im Umsetzungsraum angeordneten festen Katalysatoren stattfinden, wie z.B. Kondensationsreaktionen von der Art der Aldolisierung von Aldehyden, z.B. Acetaldehyd, in Gegenwart von Spuren von gelöstem Alkali, oder auch die Umwandlung von Cyclohexanonoxim in Caprolactam in Gegenwart geringer Mengen Schwefelsäure, oder auch Neutralisationen, wie diejenige von konzentriertem Ammoniak mit einem flüchtigen Gas, z.B. Chlorwasserstoff oder Schwefeldioxyd.

Als Kühlflüssigkeit kommt insbesondere Wasser in Betracht, das je nach der Wahl des Druckes bei verschiedenen Temperaturen im verdampfenden Zustand gehalten werden kann. Man kann aber auch andere Flüssigkeiten, z.B. Benzin, Mittelöl, Alkohole, Tetrahydronaphthalin, Dekahydronaphthalin oder geeignete Gemische dieser Flüssigkeiten oder auch andere Stoffe, wie chlorierte Kohlenwasserstoffe, verwenden. Diese Flüssigkeiten brauchen aber nicht im verdampfenden Zustand benutzt zu werden, sondern können auch bei einer niedrigeren Temperatur zum Kühlen dienen. Das Gleiche gilt von Flüssigkeiten, wie Diphenyl allein oder im Gemisch mit Diphenyloxyd, Glycerin, Glykol usw. Auch Salzschnmelzen oder unter den Umsetzungsbedingungen flüssige Metalle, wie Blei oder seine Legierungen, kommen in Betracht. Diese Flüssigkeiten kann man bei endothermen Umsetzungen auch als Heizmittel verwenden. Hierfür kommen ausserdem erhitzte Gase in Betracht, ebenso wie man kalte Gase auch zum Kühlen in der beschriebenen Vorrichtung anwenden kann.

Die Abmessungen der Vorrichtung, insbesondere die Länge der Kühlrohre, die Zahl der untergebrachten Rohre usw. können

verschieden sein. Man wird sie den Erfordernissen der jeweils durchzuführenden Umsetzung, insbesondere der geeigneten Strömungsgeschwindigkeit der umzusetzenden Stoffe durch den Katalysatorraum sowie der einzuhaltenden Verweilzeit, anpassen, wobei wegen der Unterstützung der Vorrichtung nur an einer Seite die Festigkeit der Rohre zu berücksichtigen ist. Der Durchmesser der Vorrichtung beträgt zweckmässig 1 bis 3 m, z.B. 2 m, man kann ihn aber auch grösser oder auch kleiner wählen.

Arbeitet man mit einem luftempfindlichen Katalysator, der in einem Inertgas, z.B. Kohlensäure oder auch Stickstoff, eingefüllt werden muss, so empfiehlt es sich, Vorrichtungen für die Einführung des Inertgases während des Füllens sowie eine obere Abdeckung des Katalysatorraumes zur Verhinderung des Luftzutritts anzubringen. Der Katalysator kann auch durch im Ofenmangel angebrachte Mannlöcher eingefüllt werden.

Die Gestalt des Katalysatorraumes innerhalb des Ofenmantels kann beliebig, z.B. von viereckigem, vieleckigem, rundem oder nur teilweise rundem und oben und unten abgeflachtem Querschnitt, sein.

Die Weite der Kühlrohre kann ebenfalls sehr verschieden sein und wird ausser von strömungstechnischen Gesichtspunkten vor allem durch die Menge der ab- oder zuzuführenden Wärme und die zulässige Überhitzung oder Unterkühlung des Raumes bestimmt. Im allgemeinen kommen Kühlrohre von 10 bis 100 mm äusserer Weite, vorwiegend solche von 20 bis 50 mm, in Betracht.

Der Abstand der Kühlrohre zueinander wird von ähnlichen Überlegungen bestimmt. Im allgemeinen liegt er zwischen 5 und 30 mm, es können aber auch grössere Abstände von z.B. 50 mm, 100 mm und mehr in Betracht kommen.

Die Vorrichtung wird zweckmässig so hoch über dem Erdboden angeordnet, dass der darunter befindliche Raum begangen werden kann und man Hilfsgeräte, wie Wagen, Böcke und dergl., zum Abziehen des Ofenmantels, Ausleeren des Katalysators und ähnlichen Maßnahmen darunter stellen kann. Der verbrauchte Katalysator wird zweckmässig dadurch aus dem Ofen entfernt, dass man ihn, gegebenenfalls nach einer Extraktion zwecks Abtrennung an ihm festhaftender Umsetzungsprodukte und nach Behandeln mit verdünnten, sauerstoffhaltigen Gasen zwecks Inertisierung, durch Ausstossen mit geeigneten Geräten oder durch schwache Erschütterung des gesamten Ofens zum Herausrieseln bringt. Die Entfernung wird in beiden Fällen erleichtert, wenn die Kühl- oder Heizrohre in Reihen mit gleichmässiger Entfernung voneinander angeordnet sind; man kann dann mit den genannten Geräten leicht in verschiedener Richtung durchstossen.

Die in Betracht kommenden Baustoffe sind die üblichen, z.B. gewöhnlicher Stahl. Beim Arbeiten mit korrodierenden Gasen verwendet man in an sich bekannter Weise beständige Stähle, Plattierungen, Überzüge von Email und dergl.

Patentansprüche.

1) Vorrichtung für die Durchführung exothermer oder endothermer chemischer Umsetzungen, die besondere Maßnahmen für die Ableitung oder Zuführung von Wärme erfordern, insbesondere für die katalytische Umsetzung von Kohlenoxyd mit Wasserstoff zu mehrgliedrigen Kohlenwasserstoffen, gegebenenfalls neben erheblichen Mengen flüssiger und fester Sauerstoffderivate von Kohlenwasserstoffen, unter Verwendung von Bündeln von mit einem flüssigen oder gasförmigen Kühl- oder Heizmittel durchflossenen horizontal oder schwach geneigt liegenden Rohren, dadurch gekennzeichnet, dass

die Umsetzungskammer nur auf der einen Seite unterstützt und das Rohrbündel so gestaltet und versteift wird, dass es sich selbst trägt.

2) Vorrichtung nach Anspruch 1, dadurch gekennzeichnet, dass die Zu- und Abführungsleitungen für das Kühl- oder Heizmittel und für die umzusetzenden Stoffe und das Reaktionsprodukt an der unterstützten Seite der Kammer angebracht sind.

3) Vorrichtung nach Ansprüchen 1 und 2, dadurch gekennzeichnet, dass die um den Umsetzungsraum gelegte Hülle so angeordnet ist, dass sie von dem unterstützten Teil der Kammer frei abnehmbar ist.

I.G.FARBENINDUSTRIE AKTIENGESELLSCHAFT

gez. *Holdermann* ppa. *Kleber*

Abb. 1

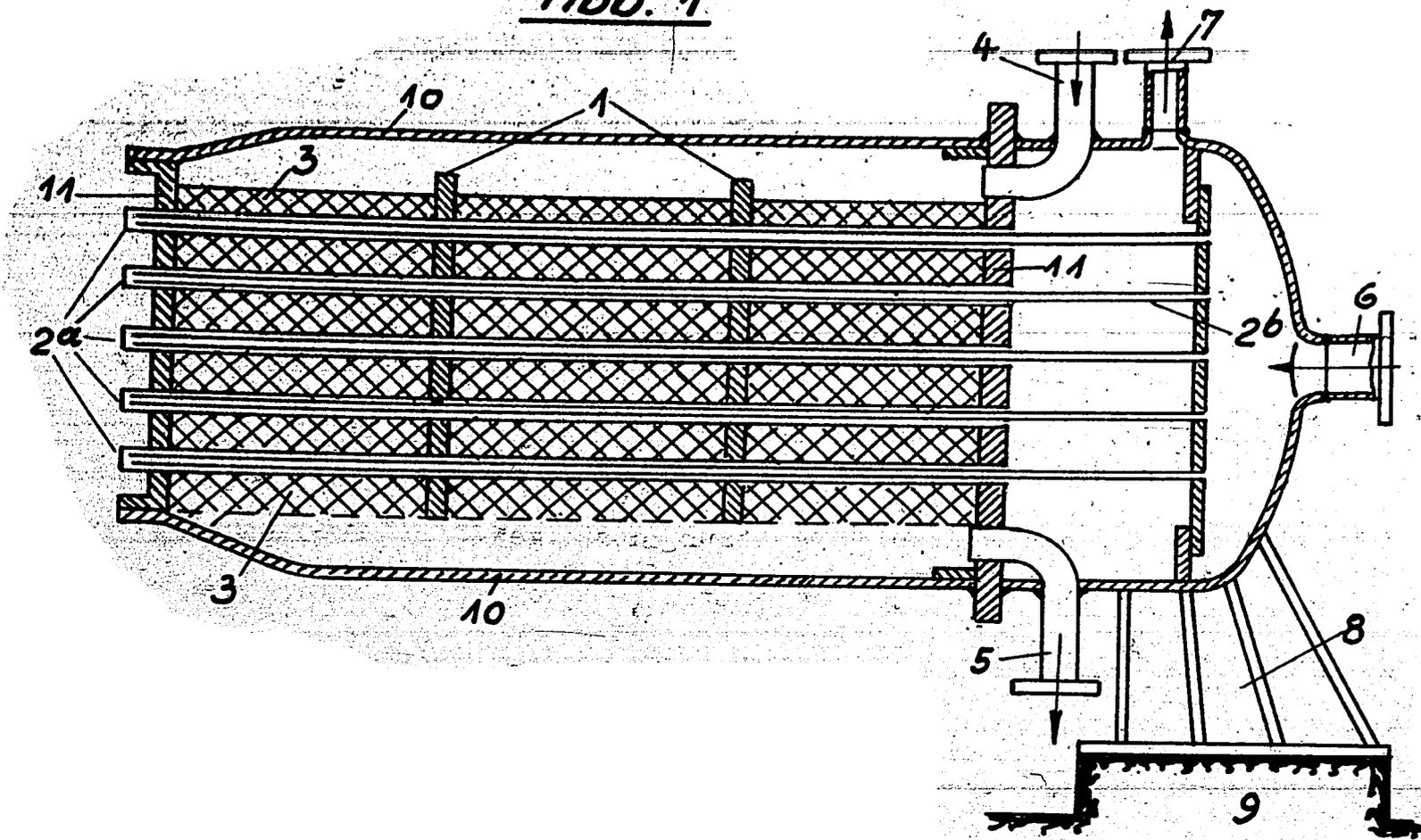


Abb. 2

