

**Kurzbes.: Unvollständige Kontakteinfüllung durch vorherige Einbringung einer auf Wasser schwimmenden Paraffinschicht**

RUHRCHEMIE AKTIENGESELLSCHAFT  
Pat. Abt. Ham/Kx  
R 622

Oberhausen-Holteln, 24. Juni 1942

Verfahren zur Kontakteinfüllung in Syntheseöfen.

Zur unvollständigen Füllung senkrechtstehender Kontaktrohre, wie man sie beispielsweise bei der katalytischen Kohlenoxydhydrierung in großer Zahl in entsprechende Syntheseöfen einbaut, wurde im Patent ..... (Patentanmeldung R 113 202 IVb/12g) die vorherige, entsprechend abgemessene Einfüllung eines Hilfsmediums vorgeschlagen. Zu diesem Zweck wurde in den Syntheseöfen vor der Kontakteinfüllung von unten her zunächst eine erstarrende Flüssigkeit, wie z.B. Paraffin eingebracht. Sobald diese Hilfsflüssigkeit durch entsprechende Abkühlung zur Erstarrung gekommen war, füllte man den Kontakt in der üblichen Weise bis zur Oberkante der Kontaktrohre ein. Danach wurde die von unten her flüssig eingebrachte und danach erstarrte Masse wieder zum Schmelzen gebracht und aus dem Apparat entfernt. Hierbei senkt sich die Kontakteinfüllung in allen Rohren um einen bestimmten Betrag, welcher der Höhe der eingebrachten Hilfsflüssigkeit entspricht.

Bei der Ausführung der katalytischen Kohlenoxydhydrierung kommt als vorher einzuführende Hilfsflüssigkeit im wesentlichen nur geschmolzenes Paraffin infrage. Es wird durch die untere Abschlußhaube des Syntheseapparates eingedrückt und steigt von dort her bis zur gewünschten Füllhöhe in die Kontaktrohre empor. Bei technischen Syntheseöfen ist hierzu eine sehr große Paraffinmenge erforderlich, da die dem Syntheseofen untergebaute Syntheseprodukt- bzw. Restgas-Abzugshaube meist sehr geräumig ist und mehrere tausend Liter umfaßt. Die Abkühlung und das darauf folgende Wiedereinschmelzen einer derartig umfangreichen Paraffinmasse bereitet erhebliche Schwierigkeiten, weil die außergewöhnlich geringe Wärmeleitfähigkeit des Paraffins den Abkühlungs- und Schmelzvorgang in ganz außerordentlicher Weise verzögert.

Es wurde gefunden, daß diese Nachteile nicht eintreten, wenn man zur Erzeugung der im unteren Teil des Kontaktofens gewünschten Vorfüllung nicht ausschließlich Paraffin, sondern nur Wasser mit einer darüber liegenden ge-

geschmolzenen Paraffinschicht von verhältnismäßig geringer Höhe verwendet. Die dem Wasser übergelagerte Paraffinschicht erhält eine Höhe von beispielsweise etwa 10 cm. Hierbei verwendet man zweckmäßig ein leicht schmelzendes Paraffin (Schmelzpunkt z.B. 40 - 42°C), das auch auf mäßig heißem Wasser ohne Schwierigkeit flüssig zu halten ist.

Zur Ausführung der neuen Kontakteinfüllung geht man beispielsweise folgendermaßen vor.

In die untere Abzugshaube des Kontaktofens wird von unten her zunächst heißes Wasser (z.B. 80 - 90°C) eingebracht, das man bis auf etwa 20 cm unterhalb des unteren Rohrbodens eintreten läßt. Darauf drückt man ebenfalls von unten her geschmolzenes Paraffin in die Wasserfüllung ein. Infolge seines geringen spez. Gewichtes steigt es nach oben und lagert sich der Wasserfüllung auf. Man bringt hierbei z.B. soviel Paraffin ein, daß oberhalb des Wasserspiegels eine etwa 5 - 10 cm hohe Schicht von flüssigem Paraffin vorhanden ist.

Nachdem sich die beiden Flüssigkeitsspiegel ausreichend geglättet haben, drückt man von unten her weitere Mengen von heißem Wasser nach, damit die Flüssigkeit bis in die Kontaktrohre eintritt. Durch ein Meßrohr oder durch von oben her eingefügte Meßplatten läßt sich leicht feststellen, ob die von unten her eingetretene Flüssigkeit in den Kontaktrohren die gewünschte Standhöhe erreicht hat. Danach läßt man auf die Kontaktrohre von außen her ein Kühlmedium (z.B. Wasser) einwirken. Das der Wasserfüllung aufgelagerte flüssige Paraffin kommt hierbei zur Erstarrung und bildet in jedem Kontaktrohr einen festhaftenden Paraffinpfropfen. Nachdem die Paraffinpfropfen ausreichend verfestigt sind, wird die tragende Wasserfüllung nach unten aus dem Apparat entfernt. Die unten nunmehr in gleichmäßiger Höhe durch Paraffinpfropfen verstopften Kontaktrohre werden sodann von oben her bis zu ihrer Oberkante mit Kontakt angefüllt. Danach umspült man die Kontaktrohre von außen her durch heißes Wasser oder Dampf. Hierdurch kommen die Paraffinpfropfen zum Schmelzen, und zwar beginnt der Schmelzvorgang an der Rohrwandung, sodaß die einzelnen Paraffinpfropfen langsam nach unten rutschen, bevor

sie durch weitere Wärmezufuhr völlig ausgeschmolzen sind.

Für Syntheseöfen, die zur katalytischen Kohlenoxydhydrierung dienen, kommt als von unten her einzufüllende Hilfsmasse vornehmlich Paraffin infrage. Als syntheseeigenes Produkt kann es weder zu Kontaktschädigungen führen, noch den Beginn oder die normale Durchführung der Synthese ungünstig beeinflussen. An Stelle von Paraffin können auch andere leicht schmelzende Massen, wie z.B. Wachs, Teer, Naphthalin benutzt werden, soweit sie ein ausreichend geringes spez. Gewicht haben. Die neben der schmelzbaren Masse zur Anwendung kommende Flüssigkeit darf mit ihr nicht mischbar sein. Als Flüssigkeit dieser Art kommt vornehmlich Wasser infrage. An seiner Stelle können auch gesättigte Salzlösungen benutzt werden, deren spez. Gewicht so hoch liegt, daß praktisch alle leicht schmelzenden organischen Verbindungen darauf schwimmen. Für besondere Fälle kann man als tragende Flüssigkeit auch Quecksilber oder andere leicht schmelzende Metalle verwenden.

#### Patentansprüche

1.) Weitere Ausbildung des Verfahrens zur Kontakteinfüllung in Syntheseöfen, bei denen der Kontakt in senkrechtstehenden unvollständig gefüllten, vom Kühlmittel umflossenen Rohren oder ähnlich ausgebildeten Räumen ruht, wobei die senkrechten Kontakträume zunächst bis zu einer bestimmten Höhe mit einem schmelzbaren Medium angefüllt werden, das nach erfolgter Kontakteinfüllung wieder entfernt wird nach Patent ..... (Patentanmeldung R 113 202 IVb/12g) d a d u r c h g e k e n n z e i c h n e t , daß man die untere Kontaktraum-Hilfsfüllung auf einer spezifisch schwereren Flüssigkeit schwimmend in den Kontaktapparat einbringt, worauf sie durch Abkühlung zur Erstarrung gebracht wird.

2.) Ausführung des Verfahrens nach Anspruch 1, d a d u r c h g e k e n n z e i c h n e t , daß leicht schmelzendes Paraffin und heißes Wasser oder ausreichend erhitzte Salzlösungen zur Anwendung kommen.