

Kurzbez.: Temperaturregelung von Destillationskolonnen und
ähnlichen Apparaten durch gegeneinandergeschaltete
Luftthermometer
RUHRCHEMIE AKTIENGESELLSCHAFT Oberhausen-Holtten, den 6. Mai 1942

Pat.-Abt. H&M/Am
R 610

. 7698

Verfahren zur Regelung einer Temperatur in Abhängig-
keit von einer anderen Temperatur

Zur Steuerung von Temperaturen in Abhängigkeit von anderen Temperaturwerten sind moderne Regelapparate bekannt, welche allen Anforderungen genügen, meist jedoch einen verhältnismässig sehr grossen Umfang aufweisen. Für einfache Fälle, insbesondere für Einrichtungen, die nur im Laboratoriumsmaassstab benutzt werden, sind derartige Regelvorrichtungen ihres hohen Preises und grossen Umfanges wegen nicht besonders vorteilhaft. Dieser Umstand hat dazu geführt, dass Laboratoriums-Vorrichtungen meist ohne selbsttätige Regelapparate betrieben werden.

Es wurde gefunden, dass man diese auf dem Gebiete der Temperaturregelung von Klein- oder Laboratoriumsapparaten bestehenden Schwierigkeiten vermeiden kann und auch hier eine ausreichend genau arbeitende einfache Einrichtung erhält, wenn als Steuerorgane der Temperaturregelung zwei gegeneinander arbeitende Gasthermometer, insbesondere Luftthermometer benutzt werden. Das zur Anwendung kommende Regelprinzip besteht darin, dass man die Gasthermometer auf die beiden Schenkel eines U-förmigen Quecksilbermanometers arbeiten lässt. Durch die aufgrund von Druckunterschieden entstehende Bewegung der Quecksilbersäule wird eine Relais-Schaltung betätigt, welche die erforderlichen Heizkörper zu- oder abschaltet. Anstelle von Quecksilber kann das U-förmige Kontaktrohr auch mit anderen elektrisch leitenden Flüssigkeiten, wie z.B. mit leichtschmelzenden Metallen oder Salzgemischen bzw. Elektrolytlösungen angefüllt sein. Das U-förmige Barometerrohr lässt sich auch durch andere Druckmessorgane, beispielsweise durch Membranapparate ersetzen. In diesem Fall wirken die Luftthermometer auf die beiden Seiten der Steuermembran ein.

Das neue Verfahren kann mit Vorteil beispielsweise zur Steuerung von Synthese-, Kontakt- und Destillationsapparaten dienen, wie sie insbesondere bei der Herstellung und Weiterverarbeitung von Kohlenwasserstoffen üblich sind.

Auf der beiliegenden Zeichnung ist zur näheren Erläuterung des Erfindungsgegenstandes in schematischer Weise eine Laboratoriums- Destillations-Vorrichtung dargestellt.

Das zu fraktionierende Ausgangsmaterial, z.B. ein Kohlenwasserstoffgemisch, befindet sich im Kochkolben 1, der beispielsweise durch eine elektrische Heizvorrichtung erhitzt wird. Auf diesen Kolben ist mit Hilfe üblicher Schliffverbindungen die Kolonne 2 aufgesetzt. Sie kann mit Raschigringen oder ähnlichen Verteilungskörpern gefüllt sein. Im oberen Teil des Kolonnenrohres 2 ist ein Kühler 3 angebracht. Das von ihm ablaufende Kondensat fließt einem Trichter 4 zu. Von hier aus gelangt es in das Ablaufrohr 5, dessen Ausflussmenge ausserhalb der Kolonne durch geeignete Abschlussventile geregelt wird. Die vom Trichter 4 nicht erfassten oder aus ihm überfliessenden Flüssigkeitsmengen dienen als Kolonnenrücklauf.

Das Kolonnenrohr 2 ist von zwei konzentrisch angeordneten Isolierschichten 5 und 6 umgeben, die beispielsweise aus keramischem Material, Asbest, Glaswolle oder anderen schlechten Wärmeleitern bestehen. Zur Erzeugung einer gleichmässigen Kolonnentemperatur und zum Ausgleich der unvermeidlichen Wärmeverluste ist zwischen die beiden Isolierschichten 5 und 6 eine Heizvorrichtung 7, beispielsweise in Form einer elektrischen Heizspirale angebracht.

Zur selbsttätigen Steuerung der Heizvorrichtung dienen die beiden engwandigen Rohre 8 und 9, die beispielsweise aus Glas bestehen. Das Rohr 8 liegt innerhalb des Kolonnenrohres 2, während das Rohr 9 ausserhalb des Kolonnenrohres, beispielsweise innerhalb des Isoliermantels 6 angebracht ist. Die Rohre 8 und 9, welche den Luftthermometer-Innenraum bilden, sind an die beiden Schenkel eines U-förmigen Rohres 10 angeschlossen, das mit Quecksilber gefüllt ist. Die Quecksilberfüllung kann durch einen Hahn 11 in ihrer Höhe eingestellt werden. Ausserdem sind in den beiden Rohrschenkeln noch die Hähne 12 und 13 vorgesehen. Mit ihrer Hilfe kann sowohl Quecksilber nachgefüllt, als auch Luft

aus den beiden Thermometerräumen abgelassen werden, wenn die Kolonne bei so hohen Temperaturen arbeitet, dass innerhalb der Rohre 8 und 9 ein unzulässig hoher Gasdruck herrscht.

Bei der Ausführung von Destillationen ist es von grosser Wichtigkeit, dass die verwendete Kolonne vollkommen adiabatisch arbeitet, da andernfalls ihre volle Länge und Bodenzahl nicht gleichmässig ausgenutzt werden kann. Bei grosstechnischen Kolonnen sind mit Rücksicht auf den verhältnismässig grossen Kolonnendurchmesser adiabatische Bedingungen durch eine entsprechende Isolierung leicht zu verwirklichen. Laboratoriumskolonnen, die infolge ihres geringen Durchmessers eine verhältnismässig hohe Aussenfläche aufweisen, lassen sich nur schwer vollkommen adiabatisch betreiben, da mit Isoliermänteln allein kein ausreichendes Wärmegleichgewicht im Innern der Kolonne zu erzielen ist. Man hat deshalb bereits eine Isolierung durch zwei konzentrisch angeordnete Isoliermäntel mit dazwischen angeordneter Heizvorrichtung vorgeschlagen. Derartige Einrichtungen arbeiten jedoch nicht befriedigend, weil die Zwischenheizung bisher nur absatzweise betätigt werden konnte, was zu unerwünschten Temperaturschwankungen führte.

Mit Hilfe der erfindungsgemässen Vorrichtung werden diese Nachteile im vollen Umfang vermieden. Wenn die Kolonnentemperatur ansteigt, nimmt der Druck des Gasthermometers 8 zu. Dadurch wird das Quecksilber im rechten Schenkel des U-Rohres 10 herabgedrückt und die Zwischenheizung 7, welche durch eine Stromquelle 14 erfolgt, die mit zwei eingeschmolzenen Kontakten 15 und 16 an das U-Rohr angeschlossen ist, ausgeschaltet. Hierdurch erhöht sich die Wärmeabgabe der Kolonne. Sobald die Kolonnentemperatur entsprechend gesunken ist, steigt das Quecksilber im rechten Schenkel des U-Rohres wieder an und die Zwischenheizung 7 wird durch Betätigung der Kontaktstelle 15 von neuem eingeschaltet. Durch die fortlaufende Ein- und Ausschaltung der Zwischenheizung ist selbsttätig ein äusserst genaues adiabatisches Arbeiten auch kleiner Laboratoriumskolonnen möglich. Mit Hilfe einer entsprechenden Einstellung des Quecksilberniveaus im Schenkelrohr 10 oder durch Vorbelastung der an seiner Stelle verwendeten Membran, kann man zwischen Kolonnen-Innentemperatur und Isoliermantel-Temperatur auch bestimmte Temperaturdifferenzen einhalten.

Patentansprüche

1.) Verfahren zur Regelung einer Temperatur in Abhängigkeit von einer anderen Temperatur, d a d u r c h g e k e n n z e i c h n e t , dass sowohl die steuernde, als auch die zu regelnde Temperatur mit Gasthermometern gemessen wird, wobei man die durch Temperaturdifferenzen auftretenden Druckunterschiede zur Betätigung von Schaltorganen benutzt, welche ihrerseits entsprechende Heizvorrichtungen derartig zu- oder abschalten, dass die entstandenen Druckunterschiede wieder ausgeglichen werden.

2.) Anwendung des Verfahrens nach Anspruch 1 auf den Betrieb von Destillationskolonnen, insbesondere von Laboratoriumskolonnen, d a d u r c h g e k e n n z e i c h n e t , dass das steuernde Luftthermometer in das Innere der Destillationssäule und das zur Messung der zu regelnden Temperatur erforderliche Luftthermometer in den heizbaren Isoliermantel der Destillationskolonne verlegt wird.

RUHRCHEMIE AKTIENGESellschaft