

Kurzbez.: Blockofen mit Schüttelautoklav.

RUHRCHLIE AKTIENGESSELLSCHAFT

Oberhausen-Holteln, den 21.1.1943

Pat.-Abt. Ham/Am
R 659

7000

Versuchsvorrichtung zur Durchführung chemischer Umsetzungen,
insbesondere von Überdruckreaktionen

Die Erfindung betrifft eine neuartige Versuchseinrichtung zur Durchführung chemischer Umsetzungen, bei denen Gase und/oder Flüssigkeiten miteinander in Reaktion treten sollen. Besonders geeignet ist die erfindungsgemässe Einrichtung zur Durchführung von Hochdruckversuchen, wie sie beispielsweise bei Hydrierungen oder Wassergas-Anlagerungen erforderlich sind.

Das zur Anwendung kommende Reaktionsgefäss hat zylindrische Form und wird mit Hilfe eines Triebwerkes in einer angepassten Bohrung eines Metallblocks hin und her bewegt. Dieser Metallblock wird in an sich bekannter Weise, beispielsweise mit Hilfe einer Gasheizung oder durch elektrische Heizwiderstände auf die zur Umsetzung erforderliche Temperatur einreguliert. Die Temperaturüberwachung erfolgt mit Hilfe geeigneter Thermometer, zweckmässig unter Verwendung automatischer Steuer- und Schaltvorrichtungen.

Die Bohrung, in der sich innerhalb des Metallblockes das zylinderförmige Reaktionsgefäss hin und her bewegt, steht mit einer parallel verlaufenden zweiten Metallblock-Längsbohrung in Verbindung. Auf diese Weise wird verhindert, dass bei der Hin- und Herbewegung des Reaktionsgefässes kalte Luft angesaugt oder warme Luft ausgestossen wird.

Der mit den erwähnten Bohrungen versehene Metallblock wird auch bei Versuchs-Unterbrechungen auf einer gleichbleibenden Temperatur gehalten, damit Zeitverluste durch Anheizen fortfallen. Man kann auch mehrere durchbohrte Metallblöcke unmittelbar nebeneinanderliegend anordnen, die auf verschieden hohe Temperaturen gehalten werden. Auf diese Weise kann das Reaktionsgefäss kurzzeitig auf eine andere Temperatur gebracht werden.

Das Reaktionsgefäss lässt sich aber auch in Wasser abschrecken, um beispielsweise aus entstandenen leichtsiedenden Reaktionsprodukten gasförmige Bestandteile abzublasen. Durch Wiedereinbringen in den temperierten Metallblock kann das Reaktionsge-

fäss ohne grösseren Zeitverlust wieder auf die vorher vorhandene Temperatur eingeregelt werden.

Das Reaktionsgefäss, z.B. ein zylinderförmiger Hochdruckautoklav von etwa 30 cm Länge und 3-5 cm äusserem Durchmesser, wird mit dem üblichen Hochdruck-Abschlussventil versehen. Von diesem Ventil führt ein enges Kapillarrohr, z.B. aus Kupfer, zu einem feststehenden Manometer und zu einem Füllventil. Zwecks Ausführung der hin- und hergehenden Bewegung ist das erwähnte Kapillarrohr schleifenförmig gebogen, damit die periodischen Ortsveränderungen des Autoklaven ohne Überbeanspruchung der elastischen Kapillare ausgeführt werden können.

Das zur hin- und hergehenden Bewegung des Reaktionsgefässes dienende Triebwerk wird zweckmässig unterhalb der wärmegebenden Metallblöcke angebracht, die ihrerseits vornehmlich in schräger Lage zur Anwendung kommen, damit der Inhalt des Autoklaven sich am Boden desselben sammelt.

Auf der beiliegenden Zeichnung ist ein Ausführungsbeispiel der erfindungsgemässen Versuchseinrichtung dargestellt.

Fig. 1 zeigt einen Vertikalschnitt und

Fig. 2 eine Aufsicht des Erfindungsgegenstandes.

Auf einen beispielsweise aus Profileisen zusammengestellten Unterbau 1 ist ein Kasten 2 aufgesetzt, der durch verschieden hohe Unterlagen 3 und 4 eine schräg nach hinten verlaufende Lage erhält. Innerhalb des Kastens 2 sind ein oder mehrere Metallblöcke 5 nebeneinander angeordnet. Der Zwischenraum 6 der zwischen den Aussenwandungen des Kastens 2 und dem Metallblock 5 verbleibt, wird in geeigneter Weise mit Isoliermaterial, z.B. mit Asbestwolle, ausgefüllt.

Der Metallblock 5, von dem mehrere in gleicher Form senkrecht zur Zeichenebene hintereinander liegen können, trägt zwei Bohrungen 7 und 8, welche vorn und hinten durch Querlücken 9 und 10 miteinander in Verbindung stehen. Ausserdem ist noch eine Bohrung 11 vorhanden, in welche das Endstück eines Thermometers 12 eingelegt ist, das seinerseits U-förmig gebogen und bis auf die Oberseite des Gehäuses 2 hinausgezogen ist, wo man die Temperaturen ohne Mühe ablesen kann.

Die Metallblöcke 5 können in beliebiger Weise, z.B. durch Gasbrenner geheizt werden, welche sich in zusätzlichen Bohrungen befinden. Man kann aber auch elektrische Heizvorrichtungen verwenden, die unter Zwischenschaltung von Isolierstoffen unmittelbar auf den Metallblock gewickelt werden. Besonders zweckmässig ist hierbei eine Anordnung nach dem Gebrauchsmuster 1 424 151.

Der Hochdruckautoklav 13 trägt ein Verbindungsrohr¹⁴ das mit Hilfe beweglicher Stangen 15, 16 und 17 von der Exzenter-scheibe 18 in hin- und hergehende Bewegung versetzt wird. Die Exzenter-scheibe 18 wird durch einen Elektromotor 19 angetrieben, der auf einer beweglichen Grundplatte 20 befestigt und mit seiner Antriebsscheibe 21 unmittelbar auf die Lauffläche der Exzenter-scheibe 18 gelegt werden kann.

Das Manometer 22 und das Abschlussventil 23 sind an der linken Seite des Gestells 1 angebracht. Durch eine biegsame Kupferleitung 24 (vgl. Abb. 2) die ihrerseits zu einer grossen Schleife 25 gebogen ist, steht das Manometer 22 und die Füllstelle 23 mit der Autoklaven-Eintrittsstelle 26 in Verbindung.

Bei dem in Abb. 2 gezeigten Ausführungsbeispiel liegen zwei Ofenöffnungen 27 und 28 nebeneinander. Der Autoklav befindet sich in der Öffnung 27. Durch einfaches Herausnehmen und Herumschwenken kann er auch in die Öffnung 28 eingeführt werden, ohne dass bei der getroffenen Anordnung Rohrverbindungen zu lösen oder Ventilschaltungen vorzunehmen sind.

Durch die Anordnung der Antriebsvorrichtung 18 - 20 unterhalb des Autoklavenheizofens ergibt sich eine besondere Betriebssicherheit der Versuchseinrichtung. Die Verbindung des Autoklaven 13 mit dem Kapillarrohr 24 erfolgt durch das bereits erwähnte Zwischenstück 14, das auf den Autoklaven aufgeschraubt ist und an seinem anderen Ende durch Überwurfmutter die Verbindung mit dem Kapillarrohr herstellt. Gleichzeitig ist an dieser Stelle der schwenkbare Mitnehmer 29 an die Exzenterstange 15 angebracht.

Patentansprüche

1.) Versuchsvorrichtung zur Durchführung chemischer Umsetzungen, insbesondere von Überdruckreaktionen mit Flüssigkeiten und Gasen, bei erhöhten Temperaturen, d a d u r c h g e k e n n z e i c h n e t , dass ein zylindrisches Reaktionsgefäss (13) in der gegen die Horizontale zweckmässig schräg geneigten zylindrischen Bohrung (7) eines wärmeregulierenden Metallblockes (5) hin- und herbewegt wird, wobei sich parallel zu der Bohrung (7) in der sich das Reaktionsgefäss bewegt, eine zweite Bohrung (8) befindet, welche vorn (9) und hinten (10) mit der Bohrung (7) in Verbindung steht, in der sich das Reaktionsgefäss (13) hin und her bewegt.

2.) Ausführung der Vorrichtung 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 zwei oder mehrere Metallblöcke (5), nebeneinanderliegend angeordnet und auf verschiedenen hohen Temperaturen eingeregelt werden.

3.) Vorrichtung nach Anspruch 1 und 2, d a d u r c h g e k e n n z e i c h n e t , dass das hin- und herbewegte Druckgefäss mit Hilfe eines elastischen Verbindungsrohres (24) mit einem feststehenden Manometer (22) und oder einer feststehenden Ventileinrichtung (23) verbunden ist.

4.) Vorrichtung nach Anspruch 1 - 3, d a d u r c h g e k e n n z e i c h n e t , dass die hin- und hergehende Bewegung des Druckgefässes mit Hilfe eines Exzenter-Triebwerkes erzeugt wird, das sich unterhalb der Heizvorrichtung befindet und mit einer leicht lösbaren Kuppelung mit dem zu bewegendem Druckgefäss (13) verbunden ist.