DEUTSCHE DEMOKRATISCHE REPUBLIK

PATENTSCHRIFT

(12) **Wirtschaftspatent**

(19) **DD** (11) **257 206 A1**

Erteilt gemäß § 17 Absatz 1 Patentgesetz

4(51) **B 01 J 8/02**
B 01 J 8/06

AMT FÜR ERFINDUNGS- UND PATENTWESEN

In der vom Anmelder eingereichten Fassung veröffentlicht

(21)	WP B 01 J / 299 608 1	(22)	02.02.87	(44)	08.06.88

(71) Kombinat VEB Chemische Werke Buna, Schkopau, 4212, DD
(72) Helmer, Arnold, Dipl.-Ing.; Adler, Roland, Dr. Dipl.-Ing.; Schmoz, Günter, Dipl.-Chem.; Nelles, Jochen, Dr. Dipl.-Ing., DD

(54) Integralreaktorschuß zur Untersuchung heterogen-katalytischer Prozesse

(55) Integralreaktorschuß, Versuch, Festbett, Katalyse, Messung, Temperierung, Wärmeträger, Flansch, Innenrohr, Mantelrohr, Kanalisierung, Zulauf, Gewindenut, Rotationssymmetrie

(57) Integralreaktorschuß zur Untersuchung heterogen-katalytischer Prozesse in der chemischen Forschung, insbesondere für die Gewinnung von Prozeßdaten in Partikelschichten. Ein mit inerten Teilchen oder Katalysatorpartikeln gefülltes Innenrohr unterschiedlicher Länge und Durchmessers wird an seiner Außenseite so temperiert, daß dadurch genau definierte Strömungsbedingungen mit einer ortsunabhängigen Rotationssymmetrie bei gleichzeitig sehr guten Wärmeübergangsverhältnissen erzielt werden. Dies erfolgt indem das gemäß Fig. 1 in ein Mantelrohr eingepaßte Innenrohr außen mit einer rechteckförmigen Gewindenut versehen ist, wobei man durch die Wahl der Steigung und die Ausbildung der Gewindestirnseiten die Wärmeübergangsverhältnisse den versuchstechnischen Erfordernissen anpassen kann. Der Wärmeträgerzulauf- oder -ablauf erfolgt tangential in den Flanschen über einen Ringkanal querschnittsgleich in den Gewindekanal.

ISSN 0433-6461

4 Seiten

Patentansprüche:

1. Integralreaktorschuß, dessen Innenrohr mit Katalysatorpartikeln oder inerten Teilchen gefüllt ist, zur Untersuchung heterogen-katalytischer Prozesse in der chemischen Forschung, insbesondere für die Gewinnung von Prozeßdaten in Partikelschichten, **gekennzeichnet dadurch,** daß das Innenrohr außen eine Gewindenut mit Rechteckprofil besitzt, die Gewindenut an den Enden im Flanschbereich des das Innenrohr umschließenden Mantelrohres jeweils in einen Ringkanal der Querschnittsfläche der Gewindenut ausläuft und die Begrenzungsflansche, die mit einem Anschluß für weitere Integralreaktorbauelemente versehen sind, tangentiale Bohrungen ebenfalls gleicher Querschnittsfläche aufweisen, die direkt in beide Ringkanäle münden.
2. Integralreaktorschuß gemäß Anspruch 1, **gekennzeichnet dadurch,** daß die Gewindenut mit einer Steigung des 2- bis 8fachen, die Nutbreite mit dem 2- bis 6fachen und die Nuthöhe mit dem 1- bis 3fachen der Stegbreite ausgeführt sind.
3. Integralreaktorschuß gemäß Anspruch 1,, **gekennzeichnet dadurch,** daß die Stirnseiten der Gewindestege in bezug auf das Mantelrohr als Labyrinthdichtung ausgeführt sind.

Hierzu 1 Seite Zeichnungen

Anwendungsgebiet der Erfindung

Die Erfindung betrifft einen Integralreaktorschuß zur Untersuchung heterogen-katalytischer Prozesse in der chemischen Forschung, insbesondere für die Gewinnung von Prozeßdaten in Partikelschichten.

Charakteristik des bekannten Standes der Technik

Für die Neu- oder Weiterentwicklung von heterogen-katalytischen Reaktionsprozessen einschließlich der dabei eingesetzten Katalysatoren werden im Labor-, kleintechnischen oder Pilotmaßstab gekühlte bzw. beheizte Strömungsrohrreaktoren für Versuchszwecke eingesetzt, die mit spezieller Meßtechnik ausgerüstet sind. Die stoffliche Umsetzung der Reaktionspartner stellt sich zwischen dem Reaktorein- und -austritt im Ergebnis der Summation über alle Schichten der Katalysatorpartikeln ein, so daß solche Versuchsreaktoren auch als Integralreaktoren bezeichnet werden. In Folge des Reaktionsablaufes bilden sich in der Katalysatorschüttung axiale und radiale Temperatur- und Konzentrationsunterschiede aus, die als Informationsträger ein Maß für den Ablauf der chemisch-physikalischen Teilvorgänge sind.
Seit Beginn der Entwicklung von großtechnischen Chemieanlagen werden Integralversuchsreaktoren als kompakte Apparate für die vorgesehenen Spezialaufgaben in großer Vielfalt konstruiert und eingesetzt. In der Dissertation von FIAND (Universität Erlangen–Nürnberg, 1978) erfolgte erstmalig die Untersuchung einer heterogen-gaskatalytischen Reaktion in einem modular aufgebauten Integralversuchsreaktor.
Das System besteht aus Reaktorschüssen mit 50 mm Durchmesser von 10 bis 50 cm Länge und Meßsonden, die mit spezieller Meßtechnik bestückt sind. Die Reaktorschüsse sind mit Katalysator gefüllt und können temperiert werden. Der Aufbau zu einem Versuchsreaktor erfolgt so, daß über genormte Flanschanschlüsse die Reaktorschüsse unterschiedlicher Länge mit jeweils einer Meßsonde wahlweise kombiniert werden.
Die Temperierung des Reaktorschusses mit einem fluiden Wärmeträger wird entweder separat oder durch Kurzschluß von Schuß zu Schuß so vorgenommen, daß das Temperiermittel zunächst den Eintrittsflansch durchströmt, anschließend über 12 konzentrisch angeordnete Bohrungen in den Ringspalt zwischen das katalysatorgefüllte Innen- und das Mantelrohr gelangt und zuletzt den Austrittsflansch analog zum Eintritt passiert. Die Temperierung der Flansche verfolgt das Ziel, Wärmeverluste an den Verbindungsstellen des Reaktorsystems zu minimieren. Am Wärmeträgerein- und -austritt erfolgt die Messung der Temperatur im Ringspalt mit je einem Thermoelement.
Die vorgeschlagene Temperierung der Reaktorschüsse hat den Mangel, daß sowohl durch die Zu- und Abführung des Wärmeträgers in den Ringspalt als auch im Ringspalt selbst undefinierte Störmungsbedingungen und damit Wärmetransportverhältnisse auftreten. Insbesondere beim Einsatz von flüssigen Wärmeträgern, die in der Regel Verwendung finden, wird durch jede Bohrung in den Ringspalt eine andere Flüssigkeitsmenge ein- oder austreten, weil die Strömungswege unterschiedlich sind. Außerdem stellen sich in Abhängigkeit von der Länge der gewählten Reaktorschüsse im Ringspalt vagabundierende Flüssigkeitsströme ein, da größere Teilmengen des Temperiermittels auf möglichst kurzem Wege vom Ein- zum Austritt strömen (Kurzschlußströmung), während sich kleinere Mengen in nichtreproduzierbarer Weise außen um das Innenrohr verteilen (Schattenräume). Wegen dieser unterschiedlichen Strömungsverhältnisse wird die Temperierung des Innenrohres unterschiedlich intensiv realisiert, d. h. es treten radial und axial ortsabhängige Wärmeübergangskoeffizienten auf, die einer Berechnung nicht zugänglich sind. Des weiteren sind auch die globalen Wärmeübergangsbedingungen auf Grund der relativ kleinen Strömungsgeschwindigkeiten im Ringspaltvolumen ungünstig. In Folge der ungleichmäßigen Temperierung der Reaktorschüsse wird der Ablauf des Reaktionsprozesses verfälscht. Da diese Verfälschung aber nicht meßtechnisch erkennbar ist, wertet man die Informationen zwangsläufig als tatsächliches Verhalten der Katalysatorschüttung, was zu Fehlinterpretationen des Prozeßablaufes führen kann. Mathematische Modelle, die auf der Grundlage solcher verfälschter Versuchsdaten formuliert werden, sind mit Unsicherheiten behaftet, im Extremfall nicht extrapolierbar, d. h. für Zwecke der Simulation- und Vorausberechnung (Maßstabsübertragung) ungeeignet.

Ziel der Erfindung

Ziel der Erfindung ist ein Integralreaktorschuß zur Untersuchung heterogen-katalytischer Prozesse in der chemischen Forschung, der es ermöglicht, in partikelgefüllten Festbetten einen durch die Temperierung ungestörten Prozeßablauf zu vermessen.

Darlegung des Wesens der Erfindung

Der Erfindung liegt die Aufgabe zugrunde, einen Integralreaktorschuß zu entwickeln, bei dem das zur Aufnahme der Katalysator- und/oder inerten Partikeln vorgesehene Innenrohr im Flanschbereich und an seiner Außenseite in geeigneter Weise mit einer Führung für das Temperiermittel versehen ist.
Erfindungsgemäß wird die Aufgabe gelöst, indem das Innenrohr außen eine Gewindenut mit Rechteckprofil besitzt, die Gewindenut an den Enden im Flanschbereich des das Innenrohr umschließenden Mantelrohres jeweils in einen Ringkanal der Querschnittsfläche der Gewindenut ausläuft und die Begrenzungsflansche, die mit einem Anschluß für weitere Integralreaktorbauelemente versehen sind, tangentiale Bohrungen ebenfalls gleicher Querschnittsfläche aufweisen, die direkt in beide Ringkanäle münden. Die Gewindenut ist mit einer Steigerung des 2- bis 8fachen, die Nutbreite mit dem 2 bis 6fachen und die Nuthöhe mit dem 1 bis 3fachen der Stegbreite ausgeführt. Die Stirnseiten der Gewindestege sind in bezug auf das Mantelrohr als Labyrinthdichtung gefertigt.
Das mit Partikeln gefüllte Innenrohr wird vom Prozeßmedium, in der Regel gasförmige Reaktanten oder inerte Fluide, durchströmt. Die Temperierung des Integralreaktorschusses erfolgt durch einen fluiden Wärmeträger im Gleich- oder Gegenstrom zum Prozeßmedium. Das Temperiermittel tritt durch eine der Flanschbohrungen tangential in den Ringkanal ein, durchströmt diesen im vollen Umfang gleichbleibender Geschwindigkeit, fließt weiter mit konstanter Geschwindigkeit durch den Gewindekanal, dann durch den zweiten Ringkanal und tritt durch die Flanschbohrung des anderen Flansches analog zum Eintritt aus. Über die tangentialen Flanschbohrungen sind Temperaturmeßfühler, die bis in die Ringkanäle hineinragen, zur Erfassung der Ein- und Austrittstemperatur des Wärmeträgers angeordnet. Weitere Temperaturmeßfühler kann man radial über das Mantelrohr zur Messung der Wandtemperatur des Innenrohres jeweils in einem Steg des Gewindes vorsehen. Der Aufbau zu einem Versuchsreaktor erfolgt, indem Reaktorschüsse verschiedener Länge, komplettiert mit dazwischen geflanschten Meßzellen zur Erfassung der Temperatur-, Konzentrations- und Druckverhältnisse im Festbett, zusammengeschaltet werden. Der Durchmesser der Schüsse ist dabei entsprechend dem Reaktionsverlauf frei wählbar.

Ausführungsbeispiel

Der erfindungsgemäße Integralreaktorschuß ist in den Figuren 1 und 2 dargestellt.
Die genormten, mit Nut zwecks Dichtung und Einpassung weiterer Bauelemente des Versuchsreaktors versehenen Vorschweißflansche 1 sind mit dem Mantelrohr 2 verschweißt. Das innen mit Inertmaterial oder Katalysatorpartikeln gefüllte und vom Prozeßmedium durchströmte Innenrohr 3 ist als Drallrohr mit einer rechteckförmigen Gewindenut 4 ausgebildet und mit einer Toleranz von 0,1 mm in das Mantelrohr mit den Vorschweißflanschen eingepaßt. Die Steigung und Abmessungen der Gewindenut sind folgende:

— Steigung: 16 mm
— Stegbreite: 3 mm
— Nutbreite: 13 mm
— Nuthöhe: 6 mm

Die Stege sind an ihrer Stirnseite mit einer Rille in den Abmessungen 1 × 1 mm zur Realisierung der Labyrinthdichtung 5 versehen.
Der Wärmeträgerzulauf erfolgt über die Rohrleitung 6 und die tangentiale Bohrung 7 in bzw. oben aus dem querschnittsgleichen Strömungskanal, der aus dem Ringkanal 8 unten, der Gewindenut 4 des Innenrohres 3 und dem Ringkanal oben besteht. Der Übergang 9 zwischen Ringkanal und Gewindenut ist so gestaltet, daß der Wärmeträger, beginnend im Zulauf, den Ringkanal vollständig durchströmt und oberhalb des Zulaufes in die Gewindenut eintritt. Der Austritt erfolgt analog in umgekehrter Reihenfolge.
Über das Schutzrohr 10 wird in der Mitte des Integralreaktorschusses die Wandtemperatur des Drallrohres mit dem Thermoelement 11 direkt in einem Steg des Gewindes gemessen. Die Messung der Ein- und Austrittstemperatur des Wärmeträgers erfolgt mittels der Thermoelemente 12 direkt im Ein- bzw. Austrittsbereich der Ringkanäle.
Der Aufbau eines Versuchsreaktors erfolgt durch Hintereinanderschaltung mehrerer Schüsse sowie dazwischen geflanschter Meßzellen mit Meßsonden, wobei jeweils der Wärmeträgereintritt des vorgelagerten mit dem Wärmeträgeraustritt des nachfolgenden Schusses so verbunden ist, daß eine Temperierung im Gegen- oder Gleichstrom zum Prozeßmedium entsteht.
Durch die erfindungsgemäße Lösung werden Inhomogenitäten, die durch Temperierungseinflüsse den Prozeßablauf in der Partikelschüttung verfälschen, vermieden, weil eine gerichtete absolut gleichmäßige Strömung unabhängig von der radialen und axialen Ausdehnung des Schusses in einem stets querschnittsgleichen Kanal vorliegt. Außerdem wird durch die Strukturierung des Innenrohres, wie bereits bekannt, eine wesentlich vergrößerte Wärmeübertragungsfläche und durch die Kanalisierung in der Gewindenut eine im Vergleich zum Ringspalt wesentlich vergrößerte Strömungsgeschwindigkeit, erzielt. Aus beiden Maßnahmen resultieren sehr gute Wärmeübertragungsverhältnisse, die durch Variation von Kanalbreite und Gewindesteigung unter Beachtung der Druckverluste in gewünschter Weise beeinflußt werden können. Aufgrund der konstanten, ortsunabhängigen Strömungsgeschwindigkeit des Wärmeträgers und der genau definierten Strömungswege kann eine präzise mathematische Modellierung der Wärmetransportverhältnisse erfolgen.

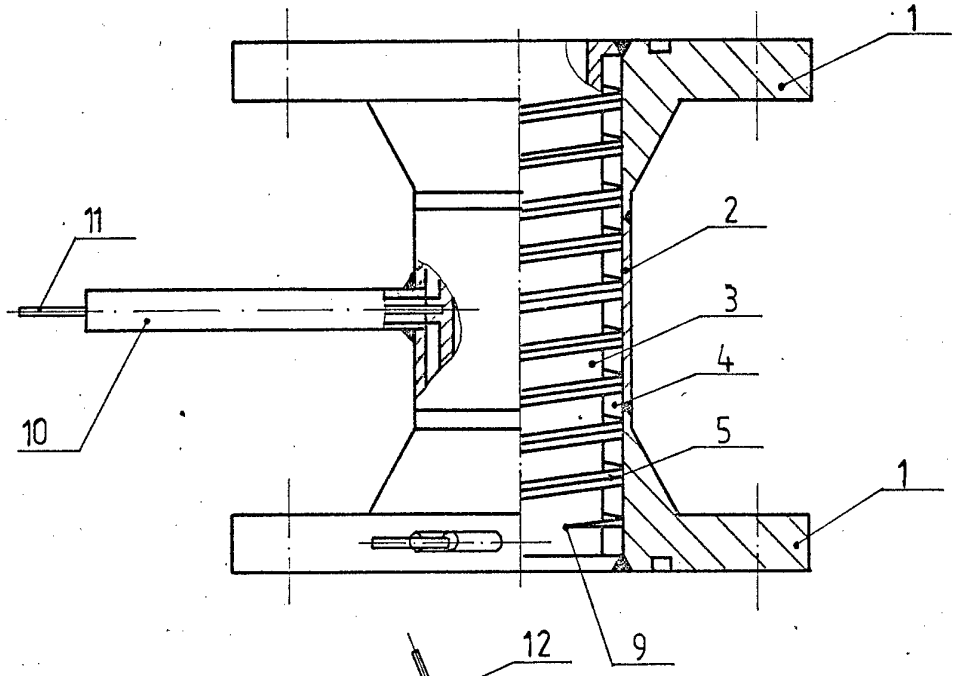


Fig.:1

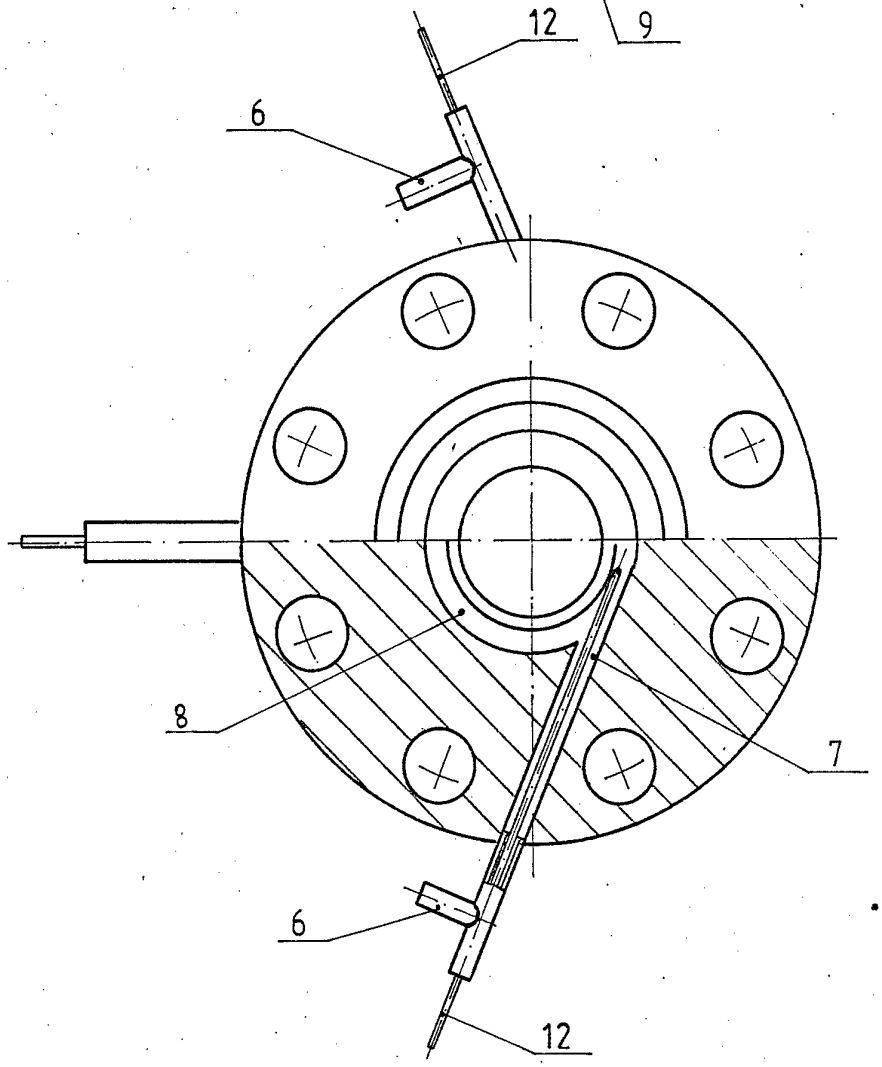


Fig.:2