

**SCHWEIZERISCHE EIDGENOSSENSCHAFT**  
EIDGENÖSSISCHES INSTITUT FÜR GEISTIGES EIGENTUM

(11) **CH** **716 747 A2**

(51) Int. Cl.: **B01J** 19/24 (2006.01)  
**B01J** 19/18 (2006.01)

**Patentanmeldung für die Schweiz und Liechtenstein**

Schweizerisch-liechtensteinischer Patentschutzvertrag vom 22. Dezember 1978

(12) **PATENTANMELDUNG**

(21) Anmeldenummer: 01275/20

(71) Anmelder:  
Fluitec Invest AG, Eichenweg 3  
8442 Hettlingen (CH)

(22) Anmeldedatum: 07.10.2020

(72) Erfinder:  
Daniel Altenburger, 8413 Neftenbach (CH)  
Esteban Rosasco, 8353 Elgg (CH)  
Silvano Andreoli, 8413 Neftenbach (CH)  
Alain Georg, 8413 Neftenbach (CH)

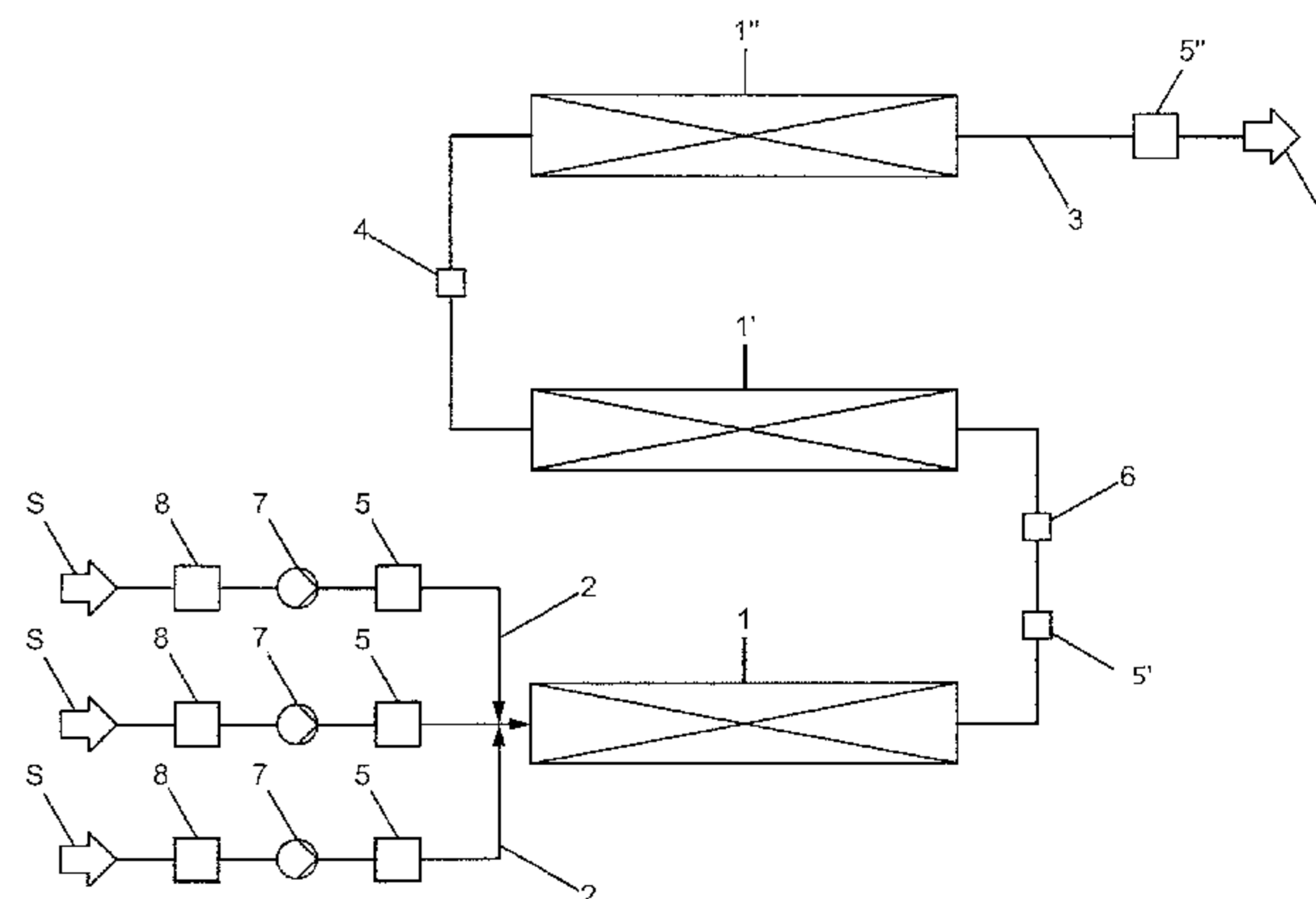
(43) Anmeldung veröffentlicht: 30.04.2021

(74) Vertreter:  
Isler & Pedrazzini AG, Postfach 1772  
8027 Zürich (CH)

(30) Priorität: 21.10.2019 EP 19 204 238.0

(54) **Vorrichtung zur Kontrolle einer Deflagration in einem kontinuierlich betriebenen chemischen Rohrreaktor.**

(57) Eine Vorrichtung dient zur Kontrolle einer Deflagration oder einer thermischen Detonation in einem kontinuierlich betriebenen chemischen Rohrreaktor mit mindestens einem Reaktorabschnitt, wobei der Rohrreaktor (1, 1', 1'') einen Zulauf (2) und einen Ablauf (3) aufweist und wobei der Zulauf (2) und der Ablauf (3) eine Hauptströmungsrichtung (5) im Reaktor definieren. Die Vorrichtung weist mindestens eine Sperre (5, 5', 5'') zur Unterbrechung des Zulaufs (2) und/oder des Ablaufs (3) auf, wobei die Sperre (5, 5', 5'') mindestens ein Ventil und einen Körper aufweist. Der Körper ist ausgebildet, um eine Wärmefront der Deflagration oder der thermischen Detonation aufzuhalten, bis das Ventil geschlossen ist. Diese Vorrichtung verhindert eine Ausbreitung einer Wärmefront.



## Beschreibung

### TECHNISCHES GEBIET

[0001] Die vorliegende Erfindung betrifft eine Vorrichtung zur Kontrolle einer Deflagration oder einer thermischen Detonation in einem kontinuierlich betriebenen chemischen Rohrreaktor. Die Vorrichtung dient der Reduktion des Risikos im Falle einer thermischen Zersetzung bei einer chemischen Reaktion im Reaktor.

### STAND DER TECHNIK

[0002] Die Sicherheit eines Produktionsprozesses in der chemischen Industrie spielt eine wichtige Rolle. Üblicherweise werden daher chemische Produktionsprozesse ständig überwacht, um mögliche Gefahrenzustände, die etwa zu einer Explosion oder zu einer Freisetzung von Chemikalien führen können, zu vermeiden.

[0003] Es ist üblich, Steuerungen für den Betrieb, die Überwachung und die Sicherheit einer Anlage bzw. eines Systems vorzusehen. EP 3 181 221 A1 offenbart eine Überwachung einer Reaktion mittels Wärmebilanzfassung und lokaler Temperaturmessung. Dadurch lässt sich eine Akkumulation und/oder ein Wandern der Reaktion sicher erfassen. Je nach Ausführungsform sind zusätzlich oder alternativ vorzugsweise Sonden zur Messung von Stoffeigenschaften (beispielsweise Brechungsindex-, pH-Sonden, Infrarot-, NIR-, Raman- und ATR-Sonden) vorhanden.

[0004] Viele chemische Reaktionen verlaufen exotherm und sind daher mit der Freisetzung von Wärme verbunden. Kann die pro Zeiteinheit freigesetzte Wärmemenge nicht ausreichend abgeführt werden, erwärmt sich die Reaktionsmasse selbst. In Folge dessen erhöht sich die Reaktionsgeschwindigkeit und die Reaktion beschleunigt sich. Ist diese Situation nicht mehr kontrollierbar, kommt es zur sogenannten thermischen Explosion, die aufgrund einsetzender Verdampfung und Gasentwicklung meist mit hohem Druckaufbau verbunden ist. Man spricht hier auch von einem „Durchgehen“ oder „Runaway“ der Reaktion.

[0005] Es ist bekannt, dass Verfahren in kontinuierlich betriebenen chemischen Rohrreaktoren als deutlich sicherer gelten als Verfahren in grossen chemischen Rührkesseln, wie beispielsweise ein CSTR-Reaktor (continuously stirred reactor). Einerseits liegt dies an den geringeren Volumina, andererseits weist der Rohrreaktor ein besseres Oberflächen/Volumen-Verhältnis auf, so dass sich die Wärme in Rohrreaktoren besser abführen lässt.

[0006] EP 3 147 935 beschreibt ein Verfahren und ein System zur Kontrolle einer chemischen Reaktion in einem kontinuierlich betriebenen Reaktor. Zur Verhinderung eines unkontrollierten Reaktionsverlaufs werden Massnahmen ergriffen, die mindestens die folgenden Schritte umfassen: Unterbrechung des Zulaufs und des Ablaufs, aktive Druckentlastung des Reaktors und Spülung des Reaktors mit einem inerten Stoff. Dank dieser Massnahmen lässt sich die chemische Reaktion effizient und sicher unterbrechen.

[0007] Besondere Aufmerksamkeit gebührt den Fälle, indem eine Deflagration oder eine thermische Detonation auftritt. Eine Deflagration ist ein schneller Verbrennungsvorgang, bei dem der Explosionsdruck allein schon durch die entstehenden und sich ausdehnenden Gase hervorgerufen wird. Die Fortpflanzung erfolgt durch die bei der Reaktion freiwerdende Wärme, d.h. die Zündung des unverbrannten Gemischs erfolgt durch Aufheizung des Gemischs an der Flammenfront. Eine Ausbreitung dieser Wärmefront kann somit verheerende Wirkungen haben.

[0008] Es ist bekannt, Flammendurchschlagsicherungen oder Schnellschlussventile als Schutz vor solchen unkontrollierten Zündungen von Gasgemischen zu verwenden.

[0009] Die Konstruktion von Flammendurchschlagsicherungen, insbesondere von Flammenfiltern und Flammensperren, ist dem Fachmann bekannt. Flammendurchschlagsicherungen sind nach der Norm DIN EN ISO 16852 eindeutig definiert. Dabei unterscheidet man zwischen Deflagrationssicherungen und Detonationssicherungen. Welche Art von Flammendurchschlagsicherungen als Rohrsicherung eingesetzt wird, hängt in der Praxis vom Medium und vom Abstand zur Zündquelle ab. Bei einem Flammenrückschlag von Gasen zum Beispiel rast die Flamme mit 2-facher Schallgeschwindigkeit durch die Rohrleitung.

[0010] Leider reichen diese Massnahmen alleine jedoch nicht aus, um eine Zersetzungsreaktion, welche deflagriert oder thermisch detoniert, sicher in einem Reaktor zurückzuhalten. Der Grund liegt darin, dass es, wie bereits beschrieben, bei einer derartigen Zersetzungsreaktion sowohl zu verschiedenen Strömungszuständen als auch zu sehr unterschiedlichen Temperatur- und Druckverläufen kommen kann. Flammendurchschlagsicherungen halten nur eine bestimmte Zeit dem erhöhten Druck und den hohen Temperaturen stand. Auch schnell schliessende Ventile sind im Falle einer Deflagration oder einer thermischen Detonation oft zu langsam oder bereits geschlossene Ventile werden von der Wärmefront übersprungen.

[0011] Die Unterbrechung einer thermischen Explosion ist im Anfangsstadium zwar durch Kühlen, Fluten, Spülen oder durch eine Druckentlastung möglich. Eine erst eingeleitete Deflagration, die sich in ihrem Anfangsstadium mit geringer Geschwindigkeit fortpflanzt, kann ebenfalls durch Fluten, Spülen oder durch Druckentlastung unterbrochen werden.

[0012] Tritt jedoch eine schnelle Deflagration, eine thermische Explosion oder sogar eine Detonation auf, dann ist aufgrund der hohen Ausbreitungsgeschwindigkeit keine Unterbrechung mehr möglich. Dieses Verhalten macht den Umgang mit reaktiven Substanzen schwierig. Für die richtige Auswahl von Massnahmen ist deshalb die Kenntnis des Gefahrenpotentials unbedingte Voraussetzung.

**[0013]** Zur Überprüfung existieren entsprechend dem zu untersuchenden Mechanismus spezielle Prüfverfahren, die für die Einstufung und Klassifizierung potentieller Gefahrstoffe für Transport und Lagerung entwickelt wurden, aber sinngemäß auch für den Umgang mit diesen reaktiven Substanzen anwendbar sind. Sie sind in der Fachwelt bekannt und werden nachfolgend lediglich kurz erläutert:

Um die thermische Empfindlichkeit einer Probe unter teilweisem Einschluss zu untersuchen, wird die Probe in einer Stahlhülse mit einer definierten Öffnung im sogenannten Koenen-Test thermisch belastet. Es wird dabei geprüft, ob eine thermische Explosion in Abhängigkeit vom Durchmesser der Deckelöffnung auftritt.

**[0014]** Bei der Untersuchung auf Weiterleitung einer Deflagration wird beispielsweise eine Probe im Druck-Zeit-Test in einem geschlossenen Behälter untersucht. Durch Zündung einer Verstärkungsladung wird die Zersetzungsreaktion örtlich begrenzt ausgelöst und die zeitliche Druckentwicklung wird verfolgt.

**[0015]** Bei Prüfung auf Detonation wird beispielsweise eine Probe in einem Stahlrohr eingeschlossen und die Zersetzungsreaktion wird örtlich begrenzt durch Zündung einer Verstärkungsladung, die eine Stoßwelle verursacht, ausgelöst. In der kavitierten Version des BAM 50/60 Stahlrohrtestes wird die Probe zusätzlich mit Sauerstoff oder Luft mit einer definierten Strömungsgeschwindigkeit durchströmt. Diese kavitierte Version wird bei Prüfung von Peroxiden als praxisrelevanter Test angesehen, da bei beginnender Zersetzung die entstehenden Gase durch die Probe strömen und die Sensitivität der Probe gegenüber einer Detonationsweiterleitung erhöhen.

**[0016]** Wie bereits beschrieben kann es bei einer Deflagration oder einer thermischen Detonation sowohl zu verschiedenen Strömungszuständen als auch zu sehr unterschiedlichen Temperatur- und Druckverläufen kommen.

**[0017]** Obwohl der kontinuierlich betriebene Rohrreaktor den Vorteil des geringeren Volumens aufweist, weist er im Falle einer Deflagration oder thermischen Detonation den Nachteil auf, dass sich die unkontrollierte Reaktion über den Zulauf der Feed-Ströme und den Ablauf des Produkts fortpflanzen kann. Im schlimmsten Fall kommt es dabei zu einer Zersetzung in der Vorlage und/oder im Auffangbehälter.

**[0018]** Um eine derartige durchgehende („run-away“) Reaktion stoppen zu können, reicht eine handelsübliche Flammendurchschlagsicherung in der Regel nicht aus, da das Reaktionsmedium sich unterschiedlich verhalten kann. Das sich zersetzende Reaktionsmedium kann gasförmig, dampfförmig, flüssig oder ein Gas-Flüssigkeitsgemisch sein.

**[0019]** Selbst wenn das heiße Medium in der Flammendurchschlagsicherung gekühlt wird, besteht die Gefahr, dass sich das Reaktionsmedium wieder erwärmt, so dass es sich durch die Flammendurchschlagsicherung fortpflanzt und dass es in der Rohrleitung weiteres Medium zersetzt. Die durch die Zersetzung entstandene Wärmefront pflanzt sich somit durch die Sperre weiter. Dies liegt daran, dass die Flüssigkeit sowohl noch Wärmeenergie besitzt als auch ein Zersetzungspotential aufweist, was zu Verdampfung oder Gasbildung führen kann. Somit sind herkömmliche Flammendurchschlagsicherungen für sich durch Deflagration oder thermischer Detonation zersetzenden Reaktionsmedien nicht geeignet, da der Reaktionsverlauf nicht vorhersehbar ist. Insbesondere der üblicherweise erhebliche Druck- und Temperaturanstieg macht den Reaktionsverlauf unberechenbar.

**[0020]** In anderen Anwendungsbereichen sind ebenfalls Flammensperren und Flammenfilter bekannt. So zeigt DE 29815151 eine Flammensperre für Flüssigkeits- und Gasleitungen, beispielsweise für Zuleitungen und Ableitungen von Pumpen zur Förderung von brennbaren und explosiven Flüssigkeiten, beispielsweise von Kraftstoffen. Diese Flammensperren oder auch Flammrückschlagsicherungen werden an bestimmten Stellen der Förderleitungen angeordnet, um eine weitere Ausbreitung von Flammen zu verhindern. Sie sind als Metallgitter ausgebildet.

**[0021]** WO 2009/030598 A1 offenbart einen Flammenfilter für geschlossene gasgefüllte Räume, wie beispielsweise für Schiffsmaschinen und Diesel- oder Gasmotoren. Das Flammenfilter lässt sich gemeinsam mit einem Explosions-Entlastungsventil einsetzen. Es besteht aus zu einem Paket übereinander dicht gestapelten, ebenen Blechen. Die Wirkungsweise beruht darauf, dass eine Flammenfront durch Einbauten soweit gekühlt wird, dass sich eine Flamme hinter der Flammendurchschlagsicherung nicht weiter ausbreiten kann.

## **DARSTELLUNG DER ERFINDUNG**

**[0022]** Es ist deshalb eine Aufgabe der Erfindung, eine Vorrichtung und ein Verfahren zu schaffen, die einen Schutz im Falle einer Deflagration oder einer thermischen Detonation in einem kontinuierlich betriebenen Rohrreaktor gewährleisten.

**[0023]** Diese Aufgabe löst eine Vorrichtung mit den Merkmalen des Anspruchs 1 sowie ein Verfahren mit den Merkmalen des Anspruchs 15.

**[0024]** Die erfindungsgemäße Vorrichtung dient der Kontrolle einer Deflagration oder einer thermischen Detonation in einem kontinuierlich betriebenen chemischen Rohrreaktor mit mindestens einem Reaktorabschnitt. Der Rohrreaktor weist einen Zulauf und einen Ablauf auf, wobei der Zulauf und der Ablauf eine Hauptströmungsrichtung im Reaktor definieren. Die Vorrichtung weist mindestens eine Sperre zur Unterbrechung des Zulaufs und/oder des Ablaufs auf, wobei die Sperre mindestens ein Ventil und einen Körper aufweist, wobei der Körper ausgebildet ist, um eine Wärmefront der Deflagration oder der thermischen Detonation aufzuhalten, bis das Ventil geschlossen ist.

**[0025]** Die erfindungsgemässe Sperre wirkt als Deflagrations-Protector. Das mindestens eine Ventil verhindert ein Ausbreiten der unkontrollierten Reaktion in den Leitungen. Der Körper verzögert die Ausbreitung der Wärmefront und verschafft dem Ventil genügend Zeit, um zu schliessen. Die Sperre verhindert somit, dass sich eine thermische Zersetzung von reaktiven, durchgehenden Flüssigkeiten, Gasen und Flüssig-GasGemischen in einer Anlage nicht fortpflanzen kann. Der Deflagrations-Protector schützt somit sowohl den Vorlagebehälter wie auch den Auffangbehälter einer Anlage mit einem kontinuierlich betriebenen Reaktor vor einer Deflagration.

**[0026]** Weist der Reaktor mehrere voneinander über Leitungen getrennte Rohrabschnitte auf, so ist vorzugsweise in Strömungsrichtung nach zwischen dem ersten und zweiten Rohrabschnitt ebenfalls eine erfindungsgemässe Sperre angeordnet, welche eine Ausbreitung der unkontrollierten Reaktion in den zweiten Rohrabschnitt verhindert. Die erfindungsgemässe Sperre lässt sich auch zwischen weiteren nachfolgenden Rohrabschnitten anordnen.

**[0027]** Besteht der Reaktor aus mehreren Rohrabschnitten, welche über Leitungen miteinander verbunden sind, so sind diese Segmente vorzugsweise übereinander von unten nach oben gestapelt und/oder vorzugsweise in Serie geschaltet. Vorzugsweise ist der Reaktoreintritt unten und der Reaktorausstritt oben angeordnet.

**[0028]** Vorzugsweise weist das Ventil eine definierte Verschlusszeit auf, wobei der Körper die Wärmefront mindestens während dieser Verschlusszeit aufhält. Vorzugsweise ist das Ventil ein Schnellverschlussventil und noch bevorzugter ist es ein Schnellverschlussventil mit einer Verschlusszeit von maximal 1 Sekunde.

**[0029]** Das Schnellverschlussventil ist vorzugsweise ein Sitzventil, wie es beispielsweise von KFM, Samson, Kühme, Albrecht Automatik oder HD Industrie vertrieben wird. Bevorzugt sind Sitzventile, bei denen der Ventilkopf bei einem Druckanstieg in den Sitz gedrückt wird. Das Ventil weist vorzugsweise eine Druckstufe von PN64 bis PN320 auf.

**[0030]** Anstelle eines Schnellschlussventils lassen sich auch andere Arten von Absperrmittel, hier insgesamt als Ventil bezeichnet, verwenden. Derartige Absperrmittel sind beispielsweise Kugelhähne, Nadelventile, Absperrklappen oder ähnliches. In besonderen Ausführungsformen sind die Absperrmittel gekühlt.

**[0031]** Vorzugsweise ist dem Absperrmittel, insbesondere dem Schnellverschlussventil, ein Filter vorgeschaltet, um eine Verstopfung des Absperrmittels, beispielsweise durch Ablagerungen, zu vermeiden. Der Filter ist vorzugsweise am Eintritt des Reaktors angeordnet. Vorzugsweise ist er vor der Dosierpumpe oder vor dem Absperrmittel montiert. Je nach Ausführungsform ist der Filter alternativ oder zusätzlich am Austritt des Reaktors angeordnet. In diesem Fall ist er vorzugsweise unmittelbar vor dem Absperrmittel montiert.

**[0032]** Vorzugsweise ist der Körper in einem Bauteil angeordnet. Das Bauteil kann ein eigenständiges Bauteil sein oder eine Einheit mit dem mindestens einen Ventil bilden.

**[0033]** Vorzugsweise ist der Körper ein poröser Filterkörper. Vorzugsweise ist der Körper aus einem gesinterten oder geschäumten Material gefertigt. In anderen Ausführungsformen ist der Körper ein Zylinder mit zahlreichen kleinen Längsbohrungen. Die Bohrungen weisen einen derart kleinen Durchmesser auf, dass die Wärmefront nicht durchbrechen kann. Vorzugsweise beträgt der Durchmesser der Längsbohrungen 0.2 mm bis 1 mm. Dieser Körper lässt sich beispielsweise im 3D Druck herstellen. Der Körper weist, insbesondere wenn er im 3D Druck-Verfahren hergestellt ist, vorzugsweise offene Kanäle und/oder Hohlräume auf, wobei die Kanäle und/oder Hohlräume einen Durchmesser von kleiner als 1 mm, vorzugsweise kleiner als 0.5 mm, und noch bevorzugter von kleiner als 0.3 mm aufweisen. Weicht die Querschnittsform der Kanäle und/oder Rohre von einem runden Querschnitt ab, so weist ihr hydraulischer Durchmesser vorzugsweise die oben genannten Werte auf.

**[0034]** Der Körper ist vorzugsweise scheibenförmig oder zylinderförmig ausgebildet. Ist er als Zylinder ausgebildet, erstreckt er sich vorzugsweise in seiner Längsrichtung in der Hauptströmungsrichtung.

**[0035]** Der Körper weist vorzugsweise eine hohe Eigenmasse und/oder enge Kanäle auf. Des Weiteren ist der Körper vorzugsweise so gestaltet, dass er einen hohen Phi-Faktor aufweist. Der Phi-Faktor ist das Verhältnis zwischen der gesamten Wärmekapazität eines aufgeheizten Systems, hier des Körpers, und der Wärmekapazität der untersuchten Probe, hier des sich im Körper befindlichen Reaktionsgemischs.

**[0036]** Diese Ausgestaltung des Körpers gewährleistet nicht nur eine zuverlässige Wärmebarriere, sondern sie erhöht auch den Druck im Rohrabschnitt und führt somit zu einem schnelleren Erkennen einer unkontrollierten Reaktion im Rohrabschnitt, beispielsweise mittels eines im Rohrabschnitt angeordneten Drucksensors. Vorzugsweise ist der Körper so ausgebildet, dass der Druckverlust über dem Körper im Normalbetrieb kleiner als 5 bar, bevorzugt kleiner als 1 bar und besonders bevorzugt kleiner als 0.2 bar ist. Vorzugsweise ist der Körper so ausgebildet, dass der mechanisch maximal zulässige Druckverlust über dem Körper grösser als 10 bar, bevorzugt grösser als 50 bar und besonders bevorzugt grösser als 100 bar ist.

**[0037]** Vorzugsweise ist der Körper in Ausbreitungsrichtung der Wärmefront vor dem Ventil angeordnet. Befindet sich die Sperre im Zulauf, so ist der Körper vorzugsweise in Hauptströmungsrichtung nach dem Ventil angeordnet. Befindet sich die Sperre im Ablauf, so ist der Körper vorzugsweise in Hauptströmungsrichtung vor dem Ventil angeordnet.

**[0038]** In Ausführungsformen, in denen mindestens zwei Rohrabschnitte vorhanden sind, die in Serie hintereinandergeschaltet sind, ist zwischen den zwei Rohrabschnitten vorzugsweise eine Berstscheibe und/oder ein Sicherheitsventil angeordnet. Es ist auch möglich, zwischen zwei der Rohrabschnitte ein Sicherheitsventil und zwischen zwei anderen

Rohrabschnitten desselben Reaktors eine Berstscheibe anzuordnen. Vorzugsweise ist in diesem Fall die Berstscheibe in Hauptströmungsrichtung vor dem Sicherheitsventil angeordnet.

**[0039]** Vorzugsweise weist die Vorrichtung mindestens einen Sensor zur Überwachung der Reaktion im Reaktor auf, wobei das mindestens eine Ventil nach Massgabe eines Signals dieses Sensors schliessbar ist. Als Sensoren eignen sich beispielsweise Temperatursensoren und/oder Drucksensoren und/oder ein Thermoelement. Als Temperatursensor eignet sich insbesondere ein PT-100 Temperatursensor.

**[0040]** Handelsübliche Schnellverschlussventile reagieren innerhalb von maximal einer Sekunde nachdem ein Sensor eine Gefahr detektiert hat.

**[0041]** Höchste Sicherheit wird erzielt, wenn der Deflagrations-Protector oder Teile davon redundant gebaut werden. Dies erhöht die SIL Sicherheit. In bevorzugten Ausführungsformen ist in einem Zwischenstück eine Spülung, beispielsweise mit Stickstoff, vorgesehen, falls sich die Wärmefront durch den Körper und das Schnellverschlussventil fortpflanzt. Die Spülung gewährleistet, dass die Wärmefront das zweite redundante Schnellverschlussventil nicht durchschlägt. Optional wird die Spülung über ein kleines Sicherheitsventil am Austritt des Zwischenstücks entlastet. Diese Ausführungsform des Deflagrations-Protectors erfüllt die höchsten Ansprüche in Bezug auf die Reaktorsicherheit.

**[0042]** In einer bevorzugten Ausführungsform weist die erfindungsgemässe Sperre deshalb ein erstes Ventil und ein zweites Ventil auf, wobei das zweite Ventil in Ausbreitungsrichtung der Wärmefront nach dem ersten Ventil angeordnet ist. Vorzugsweise ist zwischen dem ersten Ventil und dem zweiten Ventil eine Spüleinheit angeordnet.

**[0043]** In ausgewählten Ausführungsformen weist der Reaktor über einen Reaktorabschnitt einen durch eine Pumpe gesteuerten Kreislauf auf, wie es beispielsweise wie dies in WO 2017/080909 A1 beschrieben ist.

**[0044]** In bevorzugten Ausführungsformen wird die chemische Reaktion im Reaktor überwacht. Als Überwachung eignet sich insbesondere Verfahren, wie sie in EP 3 181 221 A1 beschrieben sind. In diesen Verfahren werden zur Verhinderung eines unkontrollierten Reaktionsablaufs beispielsweise die folgenden Massnahmen ergriffen:

- Unterbrechung des Zulaufs und des Ablaufs nach Massgabe eines Sensorsignals,
- aktive Druckentlastung des Reaktors und
- Spülung des Reaktors mit einem inerten Stoff.

**[0045]** Es ist vorzugsweise ein Reaktor-Sicherheitskonzept vorhanden, welches eine Kontrolle und Steuerung mittels einer Überwachungseinrichtung der Anlage aufweist. Ferner sind in diesem Sicherheitskonzept vorzugsweise ereignisverhindernde Schutzvorrichtungen sowie schadensbegrenzende Schutzvorrichtungen vorgesehen.

**[0046]** In bevorzugten Ausführungsformen bedeutet die Kontrolle einer Deflagration oder einer thermischen Detonation, dass es bei einem gleichzeitigen Versagen der Überwachungseinrichtung und der ereignisverhindernden Schutzvorrichtungen zwar zu einer Deflagration oder thermischen Detonation kommt, dass diese jedoch kontrolliert nur einen konkreten Reaktorabschnitt betrifft und der Vorlagebehälter und der Auffangbehälter nicht gefährdet sind. Die erfindungsgemässe Sperre bildet somit eine schadensbegrenzende Schutzreinrichtung des oben genannten Reaktor-Sicherheitskonzepts.

**[0047]** In bevorzugten Ausführungsformen ist der Reaktor für den Fall, dass es zu einer Deflagration oder einer thermischen Detonation kommen könnte, sowohl für höhere Drücke als auch für höhere Temperaturen als üblich ausgelegt.

**[0048]** Vorzugsweise wird eine Reaktionsüberwachung eingesetzt, wie sie in der eingangs erwähnten EP 3 181 221 A1 beschrieben ist. Werden die in EP 3 181 221 A1 erwähnten Sensoren eingesetzt, so lässt sich ein Wandern am Austritt des Reaktors feststellen. Andere Arten der Reaktionsüberwachung lassen sich jedoch ebenfalls im erfindungsgemässen Verfahren anwenden.

**[0049]** Das erfindungsgemässe Verfahren zur Kontrolle einer Deflagration oder einer thermischen Detonation in einem kontinuierlich betriebenen chemischen Rohrreaktor mit mindestens einem Reaktorabschnitt verwendet einen Reaktor mit einem Zulauf und einem Ablauf, wobei der Zulauf und der Ablauf eine Hauptströmungsrichtung im Reaktor definieren. Das Verfahren weist mindestens die folgenden Schritte auf:

- Überwachen einer im Reaktor stattfindenden chemischen Reaktion,
- Schliessen mindestens eines Ventils im Zulauf und/oder im Ablauf im Falle eines unkontrollierten Reaktionsablaufs der überwachten chemischen Reaktion und
- Verzögern einer Ausbreitung einer durch den unkontrollierten Reaktionsablauf entstandenen Wärmefront in Richtung des Ventils mindestens bis zu einem Zeitpunkt, an welchem das Ventil sich mindestens annähernd vollständig geschlossen hat.

**[0050]** Das erfindungsgemässe Verfahren ermöglicht, im Falle einer Zersetzungsreaktion das Volumen bei einer möglichen Deflagration und/oder bei einer möglichen thermischen Detonation zu begrenzen und so das Gefahrenpotential erheblich zu reduzieren. Dank der Unterbrechung des Zulaufs und des Ablaufs ist eine vollständige Abschottung des Reaktorvolumens erreicht. Somit verhindert das erfindungsgemässe Verfahren eine Kettenreaktion im System, z.B. ein Übergreifen auf einen allenfalls nachgeschalteten Verweilreaktor bzw. Auffangbehälter und/oder auf einen allenfalls vorhandenen Vorlagebehälter.

**[0051]** Das erfindungsgemässe Verfahren und die erfindungsgemässe Vorrichtung erlauben eine Durchführung von Reaktionen mit höheren zulässigen Temperaturdifferenzen als konventionelle Vorrichtungen. Die Verwendung von höheren Temperaturdifferenzen hat insbesondere folgende Vorteile:

- Die Reaktionen verlaufen schneller und es sind somit kleinere Verweilzeiten notwendig. Dies führt direkt zu geringeren Investitionskosten.
- Die Verwendung von Lösungsmitteln kann reduziert werden und/oder es kann sogar vollständig darauf verzichtet werden. Dies bedeutet, dass auf zusätzliche energieintensive Trennverfahren verzichtet werden kann oder zumindest erhebliche Energieeinsparungen erzielt werden können.

**[0052]** Vorteilhaft ist ferner, dass die Einbaulage des Reaktors frei gewählt werden kann. Vorzugsweise ist die Vorrichtung jedoch so ausgebildet, dass der Reaktor vollständig gespült und entleert werden kann.

**[0053]** Weitere Ausführungsformen sind in den abhängigen Ansprüchen angegeben.

## **KURZE BESCHREIBUNG DER ZEICHNUNGEN**

**[0054]** Bevorzugte Ausführungsformen der Erfindung werden im Folgenden anhand der Zeichnungen beschrieben, die lediglich zur Erläuterung dienen und nicht einschränkend auszulegen sind. In den Zeichnungen zeigen:

Figur 1 eine schematische Darstellung einer erfindungsgemässen Vorrichtung mit drei horizontalen Reaktorabschnitten und mit vier Deflagrations-Protektoren;

Figur 2a einen Reaktorsegmentausschnitt mit einer schematischen Darstellung eines „Hotspots“ während einer Zersetzung;

Figur 2b einen Temperaturverlauf innerhalb des Reaktorabschnitts gemäss Figur 2a;

Figur 3 eine schematische Darstellung eines erfindungsgemässen Deflagrations-Protectors für eine Zufluss-Strömung;

Figur 4 eine schematische Darstellung eines erfindungsgemässen Deflagrations-Protectors für eine Abfluss-Strömung;

Figur 5 eine schematische Darstellung eines Schnellverschlussventils mit vorgeschaltetem Filter gemäss dem Stand der Technik;

Figur 6 eine schematische Darstellung eines erfindungsgemässen Deflagrations-Protectors und eines redundanten Schnellverschlussventils in einer Ausführung für eine Abfluss-Strömung;

Figur 7a eine Seitenansicht eines erfindungsgemässen Körpers und

Figur 7b eine Ansicht des Körpers gemäss Figur 7a von vorne.

## **BESCHREIBUNG BEVORZUGTER AUSFÜHRUNGSFORMEN**

**[0055]** In Figur 1 ist eine erste Ausführungsform der erfindungsgemässen Vorrichtung dargestellt. Die Abbildung ist rein schematisch. Die Vorrichtung umfasst einen Reaktor, vorzugsweise einen kontinuierlich betriebenen Rohrreaktor, mit einem oder mehreren Reaktorabschnitten 1, 1', 1'' bzw. Rohrabschnitten.

**[0056]** Der Reaktor ist kontinuierlich betrieben und somit kein Rührkessel, insbesondere ist er kein Rührwerk und kein CSTR Reaktor. Er weist auch kein Rührwerk auf.

**[0057]** Die Rohrabschnitte 1, 1', 1'' sind vorzugsweise Leerrohre, Rechteckprofile oder Rohre mit mindestens einem Einbau oder mehreren Einbauten. Die Einbauten sind beispielsweise Mischer-Wärmetauscher, Füllkörper, Packungen oder statische Mischer.

**[0058]** Die Reaktorabschnitte 1, 1', 1'' sind vorzugsweise in Serie hintereinandergeschaltet. Sind mehrere Reaktorabschnitte 1, 1', 1'' vorhanden, so sind sie vorzugsweise in Serie hintereinandergeschaltet.

**[0059]** Vorzugsweise ist mindestens einer der Reaktorabschnitte 1, 1', 1'', vorzugsweise sind alle Reaktorabschnitte 1, 1', 1'' zwecks Temperierung (d.h. Erwärmung und/oder Kühlung) von einem Wärmeträgermedium durchströmt. Vorzugsweise sind die Reaktorabschnitte 1, 1', 1'' mit einem statischen Mischer oder einem Mischer-Wärmetauscher versehen.

**[0060]** Ein Zulauf dient der Zuführung von Stoffen in den ersten Reaktorabschnitt 1. Die Stoffe sind Edukte wie Hauptkomponenten, Additive, Aktivator, Lösungsmittel, Emulsionszusätze und Katalysatoren. Sie können in flüssiger, gasförmiger oder teils in fester Form vorliegen. Zudem können die Reaktionen in einer verdünnten Lösung oder auch in einer Dispersion durchgeführt werden.

**[0061]** Der Zulauf umfasst eine oder mehrere Zuführungsleitungen 2. Die einzelnen Zuführungsleitungen 2 sind vorzugsweise mit je einer Dosierpumpe 7 zur Dosierung der zugeführten Stoffe versehen.

**[0062]** Eine Ablaufleitung führt vom letzten Reaktorabschnitte 1" nach aussen.

**[0063]** Die Verbindung zwischen dem Eingang und dem Ausgang des Reaktors, d.h. zwischen dem Zulauf und dem Ablauf, definiert eine Hauptströmungsrichtung S. Sie ist somit die geradlinige Verbindung zwischen Eingang und Ausgang bzw. im Falle von mehreren durch Leitungen miteinander verbundenen Reaktorabschnitten die geradlinige Verbindung zwischen den Ein- und Ausgängen der jeweiligen Reaktorabschnitte. Diese Hauptströmungsrichtung S entspricht üblicherweise der Richtung der Längsausdehnung des Reaktorabschnitts.

**[0064]** Der Reaktor weist vorzugsweise mindestens ein Sicherheitsventil 4 und/oder mindestens eine Berstscheibe 6 auf. Einbauort und Einbaulage sind je nach Ausführungsform unterschiedlich. Vorzugsweise sind sie zwischen den Reaktorabschnitten 1, 1', 1" oder am Ein- und/oder Auslauf angeordnet. In diesem Beispiel ist eine Berstscheibe 6 zwischen dem ersten Reaktorabschnitt 1 und dem zweiten Reaktorabschnitt 1' vorhanden sowie ein Sicherheitsventil 4 zwischen dem zweiten Reaktorabschnitt 1' und dem dritten und letzten Reaktorabschnitt 1".

**[0065]** Erfindungsgemäss weist die Vorrichtung mindestens einen Deflagrations-Protector, hier auch Absperrvorrichtung oder Sperre 5, 5', 5" genannt, auf. Die Sperre 5, 5', 5" kann zulaufseitig und/oder auslaufseitig und/oder zwischen den Reaktorabschnitten 1, 1', 1" angeordnet sein. In diesem Beispiel sind drei zulaufseitige Sperren 5 und eine auslaufseitige Sperre 5" vorhanden. Ferner ist vorzugsweise, aber nicht zwingend, zwischen dem in Strömungsrichtung ersten und dem zweiten Reaktorabschnitt 1, 1' eine mittlere Sperre 5' vorhanden. Die zulaufseitigen Sperren 5 sind vorzugsweise in Strömungsrichtung nach den Dosierpumpen 7 angeordnet.

**[0066]** Die Vorrichtung gemäss Figur 1 ist vorzugsweise Teil eines Systems, welches eine hier nicht dargestellte Sicherheitseinheit umfasst. Das System ist vorzugsweise Teil einer Anlage. Die Sicherheitseinheit weist vorzugsweise Mittel zur Überwachung der Reaktion in der Vorrichtung auf. Diese Mittel sind vorzugsweise Sensoren, noch bevorzugter sind sie Temperatursensoren. Ferner umfasst das System vorzugsweise eine elektronische Steuerung zur Steuerung der gesamten Systems inklusive der erfindungsgemässen Vorrichtung. Noch bevorzugter ist die elektronische Steuerung Teil einer Steuerung der Anlage, wobei die Steuerung der Anlage die einzelnen Elemente der Anlage steuert. Vorzugsweise steuert die Steuerung des Systems die Ventile 4 und die Dosierpumpen 7 sowie andere betätigbare Elemente der erfindungsgemässen Vorrichtung. Die Steuerung erfolgt vorzugsweise nach Massgabe der von den Sensoren oder anderen Überwachungsmitteln gemessenen Werte.

**[0067]** Die Sicherheitseinheit umfasst mindestens

- eine Überwachungseinrichtung, die die genannten Mittel, insbesondere die Sensoren, aufweist zur Kontrolle der Vorrichtung,
- ereignisverhindernde Schutzvorrichtungen sowie
- schadensbegrenzende Schutzvorrichtungen.

**[0068]** Die Sperren 5, 5', 5" sind mit einer elektronischen Steuerung, vorzugsweise mit der Steuerung der Sicherheitseinheit verbunden. Sie lassen sich nach Massgabe dieser Steuerung schliessen. Die Sperren 5, 5', 5" weisen vorzugsweise Absperrmittel in Form von Sitzventile, Nadelventile, Kugelhähne oder Absperrklappen auf. Vorzugsweise sind die Absperrmittel federschliessend.

**[0069]** Das Absperrmittel der Sperren 5, 5', 5" ist vorzugsweise ein Schnellverschlussventil, das in weniger als einer Sekunde schalten kann und vorzugsweise eine SIL Zulassung besitzt (SIL = Sicherheits-Integritätslevel).

**[0070]** Vorzugsweise ist dem Absperrmittel, insbesondere dem Schnellverschlussventil, ein Filter 8 vorgeschaltet. Der Filter 8 verhindert Ablagerungen und ein allfälliges Verstopfen des Schnellverschlussventils. Dies gewährleistet einen sicheren Betrieb der Sperren 5,5'. Zulaufseitig ist der Filter 8 wie dargestellt, in Strömungsrichtung vor der Pumpe 7 angeordnet. Auslaufseitig ist der Filter vorzugsweise vor dem Schnellverschlussventil der Sperre 5" angeordnet.

**[0071]** Ergibt sich nun im Reaktor 1 eine Deflagration oder eine thermische Detonation infolge Abweichung vom Normalbetrieb, so erfassen die Überwachungsmittel, insbesondere die Sensoren, diese Abweichung. Die Steuerung schliesst nach Massgabe dieser Sensorwerte alle Sperren 5, 5', 5" und schottet somit die Reaktorabschnitte 1, 1', 1" und dadurch den gesamten Reaktor vom Zulauf 2 und vom Auslauf 3 ab.

**[0072]** Das mindestens ein Sicherheitsventil 4 und/oder die mindestens ein Berstscheibe 6 verhindern ein Überschreiten des zulässigen Betriebsdruckes im Reaktor. Die gesamte Masse des zersetzenden Fluids kann somit ohne Gefahr in einen hier nicht dargestellten Quench-Tank abgeführt werden. Ein grösserer Schaden kann so vermieden werden.

**[0073]** Figur 2a zeigt einen Reaktorabschnitt 1 eines Reaktors mit mehreren Reaktorabschnitten oder einen gesamten Reaktor bestehend aus einem einzigen Reaktorabschnitt. Figur 2b zeigt in einer schematischen Darstellung den Temperaturverlauf entlang einer Längsachse L des Reaktors bzw. des Reaktorabschnitts 1.

**[0074]** Der Reaktorabschnitt 1 weist eine Eintrittsöffnung 20 für die Zuführungsleistung 2 und eine Auslassöffnung 30 für die Ablaufleitung 3 auf. Der hier dargestellte Reaktorabschnitt 1 ist vorzugsweise mittels eines HTM-Mediums temperiert (d.h. gekühlt und/oder erwärmt). Bei einer Abweichung von Normalbetrieb kann es in einem Bereich entlang der Längsachse L zu einem lokalen „Hotspot“ kommen. Bei schnellen Zersetzungen werden am „Hotspot“ die Edukte schlagartig vollständig umgesetzt und es kommt zu einer starken lokalen Überhitzung, wie dies in Figur 2b erkennbar ist. Es erfolgt eine Zersetzungsreaktion mit einer gleichzeitigen Gas- und/oder Dampf-Produktion. Das Zersetzungsprodukt dehnt sich sehr

schnell aus und schiebt die Reaktionsflüssigkeit bei einer Verpuffung resp. Deflagration gleichzeitig mit einer zunehmenden Länge  $L_1$  des Bereichs des Hotspots dem Zufluss und dem Abfluss zu. Der Druck erhöht sich schlagartig. Dieser Druck wird über die Berstscheibe und das Sicherheitsventil entspannt. Um nun einen genügenden Schutz bei einer Deflagration bzw. einer Detonation zu ermöglichen, ist dieser Reaktorabschnitt 1 gemäss Figur 2a mit mindestens einer erfindungsgemässen Sperre 5 versehen. Sie kann, wie oben bereits erwähnt, zuflusseitig und/oder auslasseitig angeordnet sein.

**[0075]** In Figur 3 ist eine zuflusseitige erfindungsgemässe Sperre 5 schematisch dargestellt. Sie weist ein Schnellverschlussventil 9 sowie ein Bauteil mit einem Körper 10 auf. Das Schnellverschlussventil 9 schaltet vorzugsweise innerhalb von maximal 1 Sekunde. Der Körper 10 ist vorzugsweise nach dem Schnellverschlussventil 9 positioniert. Der Körper 10 muss im Notfall folgende Aufgaben erfüllen können:

- die schnell wandernde Wärmefront welche sich gegen die Strömungsrichtung bewegt, muss mit dem Körper 10 gestoppt werden können,
- die Zersetzungsreaktion darf nicht durch das Schnellverschlussventil 9 durchschlagen und muss vor dem Schnellverschlussventil 9 gestoppt werden,
- bei einem schnellen Druckaufbau durch die Zersetzungsreaktion soll sich der Druck innerhalb des betroffenen Rohrabschnitts so erhöhen, dass der Drucksensor das Schnellverschlussventil 9 sofort auslöst.

**[0076]** In Figur 4 ist eine ablaufseitige erfindungsgemässe Sperre 5 schematisch dargestellt. Auch diese Sperre 5 weist das Schnellverschlussventil 9 und das Bauteil mit dem Körper 10 auf. Das Schnellschaltventil 9 weist vorzugsweise wiederum eine Schaltzeit von maximal 1 Sekunde auf. Der Körper 10 ist vorzugsweise vor dem Schnellverschlussventil 9 positioniert. Auch dieser Körper 10 muss im Notfall folgende Aufgaben erfüllen können:

- die schnell wandernde Wärmefront, welche sich in Strömungsrichtung bewegt, muss mit dem Körper 10 gestoppt werden können.
- die Zersetzungsreaktion darf nicht durch das Schnellverschlussventil 9 durchschlagen und muss vor dem Schnellverschlussventil 9 gestoppt werden,
- bei einem schnellen Druckaufbau durch die Zersetzungsreaktion, soll sich der Druck so erhöhen, dass der Drucksensor das Schnellverschlussventil 9 sofort auslöst.

**[0077]** Figur 5 zeigt eine schematische Darstellung eines Schnellverschlussventils 9 mit einem vorgeschalteten Filter 8 gemäss dem Stand der Technik. Diese Ausführung ist als schadensbegrenzende Schutzvorrichtungen nicht geeignet.

**[0078]** In Figur 6 ist eine auslaufseitige erfindungsgemässe Sperre 5 in einer weiteren Ausführungsform schematisch dargestellt. Sie weist im Wesentlichen denselben Aufbau auf wie die Ausführungsform gemäss Figur 4. Zusätzlich ist jedoch ein zweites und somit redundantes Schnellverschlussventil 11 vorhanden. Zwischen den zwei Schnellschlussventilen 9, 11 ist vorzugsweise ein Zwischenstück 12 angeordnet, mit einem zweiten Zulauf 13 und einem zweiten Auslauf 14. Das Zwischenstück 12 lässt sich dadurch zur Schadensbegrenzung spülen, damit die Reaktion das Zwischenstück 12 nicht überspringen kann.

**[0079]** Da im Fall einer sehr hohen adiabatischen Temperaturerwärmung  $\Delta T_{ad}$  der Körper 10 nicht ausreichend zu kühlen vermag, besteht die Gefahr, dass sich die Wärmefront fortpflanzt und das Schnellverschlussventil 9 zu überspringen vermag. Das redundante Schnellverschlussventil 11 dient dazu dies sicher zu vermeiden. Hat die Wärmefront das erste Ventil 9 übersprungen, so wird es auch das Zwischenstück 12 durchwandern.

**[0080]** Dies lässt sich vermeiden, indem das Zwischenstück 12 gleichzeitig beim Schliessen der Schnellschlussventile 9, 11 über den zweiten Zulauf 13 und dem zweiten Ablauf 14 mit einem inerten oder nicht reaktiven Stoff gespült wird. Dieser Stoff kann beispielsweise Stickstoff oder ein Lösungsmittel sein.

**[0081]** Vorzugsweise ist zwischen den zwei Schnellverschlussventilen 9, 11 ein Sicherheitsventil angeordnet, welches eine Ausdehnung der Wärmefront, respektive der Deflagration, verhindern soll. Das Sicherheitsventil lässt sich beispielsweise im zweiten Auslass 14 anordnen. Es ist hier nicht dargestellt. Durch die Verwendung des Sicherheitsventils ist die PED Richtlinie erfüllt, welche verlangt, dass zwischen zwei Ventilen, die gleichzeitig geschlossen werden, eine Sicherung gegen thermische Ausdehnung eingebaut werden muss.

**[0082]** Dank der konstruktiven Ausführung der Sperre 5 gemäss Figur 6 ist es dem reaktiven, zersetzenden Medium nicht mehr möglich, eine neue Wärmefront aufzubauen und so ungehindert durch die Rohrleitung der gesamten Anlage zu wandern.

**[0083]** Nachfolgend wird anhand eines Beispiels die Auslegung des Bauteils des erfindungsgemässen Deflagrations-Protektors erläutert:

Das Bauteil besteht im Wesentlichen aus einem Körper 10, beispielweise aus einem Zylinder, der axial verlaufende Hohlräume aufweist, die von den Feed-Strömen am Zulauf oder von Reaktionsprodukt am Auslass durchflossen werden. Die Hohlräume sind beispielsweise kleine Bohrungen einer Lochplatte. Alternativ ist der Körper 10 porös ausgebildet, so dass er relativ kleine Kanäle und/oder Hohlräume aufweist, die jedoch unterschiedlich gross sind. Die Kanäle und/oder Hohlräume weisen vorzugsweise einen Durchmesser von kleiner als 1 mm, vorzugsweise kleiner als 0.5 mm, und noch bevorzugter von kleiner als 0.3 mm auf.

**[0084]** Der Körper ist beispielsweise ein Sinterkörper oder er ist geschäumt oder mittels additiver Fertigung, d.h. 3D Druck, produziert. Der Körper wird in einen Strömungskanal eingebaut und mittels Strömungsversuchen charakterisiert, so dass die Widerstandsfaktoren  $\alpha$  sowohl im laminaren als auch im turbulenten Strömungsbereich ermittelt werden können. Vorzugsweise sollte der Druckverlust über diesen Körper im Normalbetrieb kleiner 5 bar, bevorzugt kleiner 1 bar und besonders bevorzugt kleiner 0.2 bar sein.

**[0085]** Basierend auf Festigkeitswerten wird anschliessend der maximal zulässige Druckabfall festgelegt und die Länge des Körpers 10 ermittelt. Vorzugweise sollte der Körper 10 einen maximal zulässigen Druckabfall von grösser 10 bar, bevorzugt grösser 50 bar und besonders bevorzugt grösser 100 bar zulassen.

**[0086]** Die offenen Kanäle oder Hohlräume des Körpers sind vorzugsweise kleiner als 1 mm, bevorzugt kleiner als 0.5 mm und besonders bevorzugt kleiner als 0.3 mm. Bei einer Ausführung kleiner 0.3 mm ist ein zusätzlicher Berechnungsnachweis nach Frank-Kamenetskii oder Baers nicht notwendig.

**[0087]** Abschliessend kann nun die maximale Temperaturerhöhung  $\Delta T_{\max}$  im Körper 10 ermittelt werden. Der Phi-Faktor des Körpers 10 ist vorzugsweise grösser als 1.5, bevorzugt grösser als 2,0 und besonders bevorzugt grösser als 2.5.

**[0088]** Ist die maximale Temperaturerhöhung  $\Delta T_{\max}$  im Reaktor bzw. im Reaktorabschnitt bekannt und ist  $T_0 + \Delta T_{\max} > T_{\text{ONSET}}$ , so wird vorzugsweise eine redundante Ausführung gemäss Figur 6 verwendet.

**[0089]** In den Figuren 7a und 7b ist ein Ausführungsbeispiel eines derartigen erfindungsgemässen Körpers 10 dargestellt. Er weist in diesem Beispiel einen massiven, d.h. ausgefüllten, zylinderförmigen Grundkörper auf, der von einer Vielzahl von in Längsrichtung verlaufenden Kanälen durchsetzt ist. Die Kanäle sind in Figur 7b gut erkennbar. Sie erstrecken sich über die gesamte Länge des Körpers 10 und sie sind durchgehend offen ausgebildet.

**[0090]** Der erfindungsgemässe Körper ist druckstabil, wobei er einem hohen Betriebsdruck wie auch einem hohen Druckverlust standhält. Vorzugsweise hält er Drücke von bis zu 400 bar stand. Die Druckbelastbarkeit eines derartigen Körpers lässt sich beispielsweise mittels der bekannte FEM Berechnung (Finite-Element-Method) nachweisen.

**[0091]** Der erfindungsgemässe Körper weist zudem einen hohen Phi-Faktor auf, d.h. der Massenanteil des Körpers ist ausreichend gross, so dass die Wanderung der Wärmefront ausreichend lange verzögert wird. Die maximal zulässigen Durchmesser der Kanäle lassen sich hierfür beispielsweise mittels der Frank-Kamenteskij Methode oder der Methode von Baers berechnen.

**[0092]** Nachfolgend wird die Wirkungsweise bevorzugter erfindungsgemässer Deflagrations-Protektoren beschrieben. Entsteht eine Abweichung des Normalbetriebes kann es in einem der Rohrabschnitte des Rohrreaktors zu einem thermischen Durchgehen, einem sogenannten „Hotspot“, kommen. In einem solchen „Hotspot“ werden die Edukte schlagartig vollständig umgesetzt und es kommt zu einer starken lokalen Überhitzung. Überschreitet die Temperatur die maximal zulässige ONSET-Temperatur, kommt es zu einer Zersetzungsreaktion. Diese kann sich wie folgt äussern:

- verpufft nicht und hat eine minimale Auswirkung auf die Erwärmung und den Druck (keine Deflagration),
- verpufft langsam mit geringer Erwärmung und geringem Druckanstieg unter Einschluss des Reaktorvolumens (langsame Deflagration),
- verpufft schnell und hat einen erheblichen Einfluss auf die Erwärmung und den Druckanstieg unter Einschluss des Reaktorvolumens (Deflagration),
- thermische Explosion mit einem schlagartigen Temperatur- und Druckanstieg (Detonation).

**[0093]** In allen Fällen kann es bei der Zersetzung je nach Betriebsdruck zu einer Gas- oder Dampf-Produktion kommen. Es gibt auch Reaktionen, bei denen sowohl Gas als auch Dampf entstehen können.

**[0094]** Im Rohrreaktor mit mehreren Segmenten erfolgt die Zersetzung an einem Punkt längs des Reaktors. Dabei kann es an diesem Punkt sowohl zu einer Temperaturerhöhung als auch zu einem Druckanstieg infolge Gas- oder/und Dampf-Produktion kommen. Bei einem stetigen Temperaturanstieg pflanzt sich die Wärmefront am Reaktor entlang gleichzeitig zum Zulauf und Ausfluss des Reaktors fort und sie zersetzt laufend die Reaktionsflüssigkeit. Die zahlreichen Temperatursensoren entlang des Reaktors erfassen diesen Temperaturanstieg und lösen zuerst ereignisverhindernde Massnahmen aus, d.h. es wird beispielsweise der Reaktor gekühlt oder mit einem inerten Fluid gespült. Ist dies erfolglos, so werden schadensbegrenzende Massnahmen ausgelöst, d.h. der Reaktor wird aktiv und gleichzeitig durch die Deflagrations Protektoren geschlossen, so dass die Zersetzung nur im Reaktor stattfinden kann.

**[0095]** Die Deflagration ist eine Explosion, die sich mit Unterschallgeschwindigkeit fortpflanzen kann. Die allenfalls im Reaktor vorhandenen Sensoren können in diesen Fällen die Wärmefront meistens nur noch verspätet erfassen. In diesen Fällen reicht eine Kühlung eines Ventils nicht aus, um eine Fortpflanzung zu verhindern. Der erfindungsgemässe Körper mit einer sehr hohen Eigenmasse bzw. einem hohen Phi-Faktor muss eine sich schnell bewegende Wärmefront lange genug aufhalten, so dass die Temperatursensoren die Temperaturerhöhung erkennen können und die Ventile rechtzeitig schliessen können. Bei sehr hohen Zersetzungstemperaturen besteht jedoch immer noch die minimale Gefahr, dass die Masse sich aufheizen kann und die Wärmefront sich fortpflanzt.

**[0096]** Vorteilhaft ist die deshalb Verwendung eines Spülsystems des Reaktors gemäss EP 3 147 935, da die Spülung bereits bei einer tieferen Temperatur ausgelöst wird und die hier verwendeten Ventile in der Regel dieselben Schnellver-

schlussventile wie beim Deflagrations-Protektor sind. Somit sind die Schnellverschlussventile bereits frühzeitig geschlossen. Für kritische Anwendungen werden die Schnellverschlussventile sogar redundant eingesetzt.

**[0097]** Bei schnellen Zersetzungen werden am „Hotspot“ die Edukte schlagartig vollständig umgesetzt und es kommt zu einer starken lokalen Überhitzung. Dabei erfolgt eine Zersetzungsreaktion mit einer gleichzeitigen Gas- und/oder Dampf-Produktion. Dadurch dehnt sich das Zersetzungsprodukt schnellstmöglich aus und schiebt die Reaktionsflüssigkeit bei einer Verpuffung resp. Deflagration gleichzeitig dem Zulauf und dem Ablauf zu. Der Druck erhöht sich schlagartig. Ein im Reaktor integrierter Drucksensor besitzt schnelle Ansprechzeiten und vermag die Schnellverschlussventile genügend schnell zu betätigen. Auch hier weist der erfindungsgemässe Körper mit einer sehr hohen Eigenmasse, resp. einem hohen Phi-Faktor, erhebliche Vorteile auf. So gewährleisten die engen Kanäle nicht nur eine zuverlässige Wärmebarriere, sondern sie sorgen mit dem erzeugten Druckverlust auch für einen Druckanstieg, der durch den Drucksensor zuverlässig erfasst wird und der Steuerung der Vorrichtung bzw. der Anlage gemeldet werden kann.

**[0098]** Die Auslegung des Körpers in einem Deflagrations-Protektor erfolgt vorzugsweise wie folgt:

- Berechnung des Druckverlustes im Körper,

$$dp = \frac{\dot{V} \cdot s \cdot \eta}{A \cdot \alpha}$$

wobei  $\dot{V}$  dem Volumenstrom,  $s$  der Körperlänge,  $\eta$  der dynamische Viskosität,  $A$  der durchströmten Fläche und  $\alpha$  dem Widerstandsfaktor entspricht.

- Berechnung der mechanischen Festigkeit basierend auf der Scherspannung,

$$\tau = \frac{F}{A_s}$$

wobei  $\tau$  der Scherspannung,  $F$  der Scherkraft und  $A_s$  der gescherten Fläche entspricht.

- Festlegen eines maximalen zulässigen Druckabfalls,

$$dp = 10 \cdot \frac{F}{A}$$

- wobei  $dp$  dem Druckabfall,  $F$  der Kraft auf dem Körper und  $A$  der durchströmten Fläche entspricht.

- Berechnung des kritischen Reaktordurchmessers für die Hotspot-Bildung mit bekannten Berechnungsmodellen nach Frank-Kamenetskii oder Baers. Erfahrungsgemäss bewegen sich die kritischen Reaktordurchmesser für die Hotspot-Bildung in einem Bereich  $< 0.75$  mm.

- Berechnung der adiabatischen Temperaturerhöhung im Körper unter Berücksichtigung des phi-Faktors,  $\Delta T_{\max} = \frac{\Delta T_{\text{ad}}}{\Phi}$

**[0099]** Die erfindungsgemässe Vorrichtung dient als schadensbegrenzende Schutzeinrichtung, indem sie ein Ausbreiten der Wärmefront verhindert.

## BEZUGSZEICHENLISTE

### [0100]

- 1 Rohrabschnitt
- 2 Zuführungsleitung
- 20 Eintrittsöffnung
- 3 Ablaufleitung
- 30 Auslassöffnung
- 4 Sicherheitsventil
- 5 zulaufseitige Sperre
- 5' mittlere Sperre
- 5'' ablaufseitige Sperre
- 6 Berstscheibe
- 7 Dosierpumpe
- 8 Filter
- 9 erstes Schnellschlussventil
- 10 Körper
- 11 zweites Schnellschlussventil
- 12 Zwischenstück
- 13 Zulauf
- 14 Ablauf
- L Längsachse
- L<sub>1</sub> Länge des Hotspots
- H Hotspot

S Hauptströmungsrichtung

### Patentansprüche

1. Vorrichtung zur Kontrolle einer Deflagration oder einer thermischen Detonation in einem kontinuierlich betriebenen chemischen Rohrreaktor mit mindestens einem Reaktorabschnitt (1, 1', 1''), wobei der Rohrreaktor einen Zulauf (2) und einen Ablauf (3) aufweist und wobei der Zulauf (2) und der Ablauf (3) eine Hauptströmungsrichtung (S) im Reaktor definieren, dadurch gekennzeichnet, dass die Vorrichtung mindestens eine Sperre (5, 5', 5'') zur Unterbrechung des Zulaufs (2) und/oder des Ablaufs (3) aufweist, wobei die Sperre (5, 5', 5'') mindestens ein Ventil (9, 11) und einen Körper (10) aufweist, wobei der Körper (10) ausgebildet ist, um eine Wärmefront der Deflagration oder der thermischen Detonation aufzuhalten, bis das Ventil (9, 11) geschlossen ist.
2. Vorrichtung nach Anspruch 1, wobei das Ventil (9, 11) eine definierte Verschlusszeit aufweist und der Körper (10) die Wärmefront mindestens während der Verschlusszeit aufhält.
3. Vorrichtung nach einem der Ansprüche 1 oder 2, wobei das Ventil (9, 11) ein Schnellverschlussventil mit einer Verschlusszeit von maximal 1 Sekunde ist.
4. Vorrichtung nach einem der Ansprüche 1 bis 3, wobei der Körper (10) in Ausbreitungsrichtung der Wärmefront vor dem Ventil angeordnet ist.
5. Vorrichtung nach einem der Ansprüche 1 bis 4, wobei die Sperre (5, 5', 5'') im Zulauf (2) angeordnet ist und wobei der Körper (10) in Hauptströmungsrichtung nach dem Ventil (9, 11) angeordnet ist.
6. Vorrichtung nach einem der Ansprüche 1 bis 5, wobei die Sperre (5, 5', 5'') im Ablauf (3) angeordnet ist und wobei der Körper (10) in Hauptströmungsrichtung vor dem Ventil (9, 11) angeordnet ist.
7. Vorrichtung nach einem der Ansprüche 1 bis 6, wobei die Sperre (5, 5', 5'') ein erstes Ventil (9) und ein zweites Ventil (11) aufweist, wobei das zweite Ventil (11) in Ausbreitungsrichtung der Wärmefront nach dem ersten Ventil (9) angeordnet ist.
8. Vorrichtung nach Anspruch 7, wobei zwischen dem ersten Ventil (9) und dem zweiten Ventil (11) eine Spüleinheit (12, 13, 14) angeordnet ist.
9. Vorrichtung nach einem der Ansprüche 1 bis 8, wobei der Körper (10) ein poröser Filterkörper ist.
10. Vorrichtung nach einem der Ansprüche 1 bis 9, wobei der Körper (10) aus einem gesinterten oder geschäumten Material besteht oder mittels additiver Fertigung erstellt ist.
11. Vorrichtung nach einem der Ansprüche 1 bis 10, wobei der Körper (10) zylinderförmig ausgebildet ist und sich seine Längsrichtung in der Hauptströmungsrichtung (S) erstreckt.
12. Vorrichtung nach einem der Ansprüche 1 bis 11, wobei die Vorrichtung mindestens einen Sensor zur Überwachung einer Reaktion im Reaktor aufweist und wobei das mindestens eine Ventil (9, 11) nach Massgabe eines Signals des Sensors schliessbar ist.
13. Vorrichtung nach einem der Ansprüche 1 bis 12, wobei mindestens zwei Rohrabschnitte (1, 1', 1'') vorhanden sind, die in Serie hintereinandergeschaltet sind, und wobei zwischen den zwei Rohrabschnitten (1, 1', 1'') eine Berstscheibe (6) und/oder ein Sicherheitsventil (4) angeordnet ist.
14. Vorrichtung nach einem der Ansprüche 1 bis 13, wobei der Körper (10) offene Kanäle und/oder Hohlräume aufweist und wobei die Kanäle und/oder Hohlräume einen Durchmesser von kleiner als 1 mm, vorzugsweise kleiner als 0.5 mm, und noch bevorzugter von kleiner als 0.3 mm aufweisen.
15. Verfahren zur Kontrolle einer Deflagration oder einer thermischen Detonation in einem kontinuierlich betriebenen chemischen Rohrreaktor mit mindestens einem Reaktorabschnitt (1, 1', 1''), wobei der Reaktor einen Zulauf (2) und einen Ablauf (3) aufweist und wobei der Zulauf (2) und der Ablauf (3) eine Hauptströmungsrichtung (S) im Reaktor definieren, wobei das Verfahren mindestens die folgenden Schritte aufweist:
  - Überwachen einer im Reaktor stattfindenden chemischen Reaktion,
  - Schliessen mindestens eines Ventils (9, 11) im Zulauf (2) und/oder im Ablauf (3) im Falle eines unkontrollierten Reaktionsablaufs der überwachten chemischen Reaktion und
  - Verzögern einer Ausbreitung einer durch den unkontrollierten Reaktionsablauf entstandenen Wärmefront in Richtung des Ventils (9, 11) mindestens bis zu einem Zeitpunkt, an welchem das Ventil (9, 11) sich mindestens annähernd vollständig geschlossen hat.

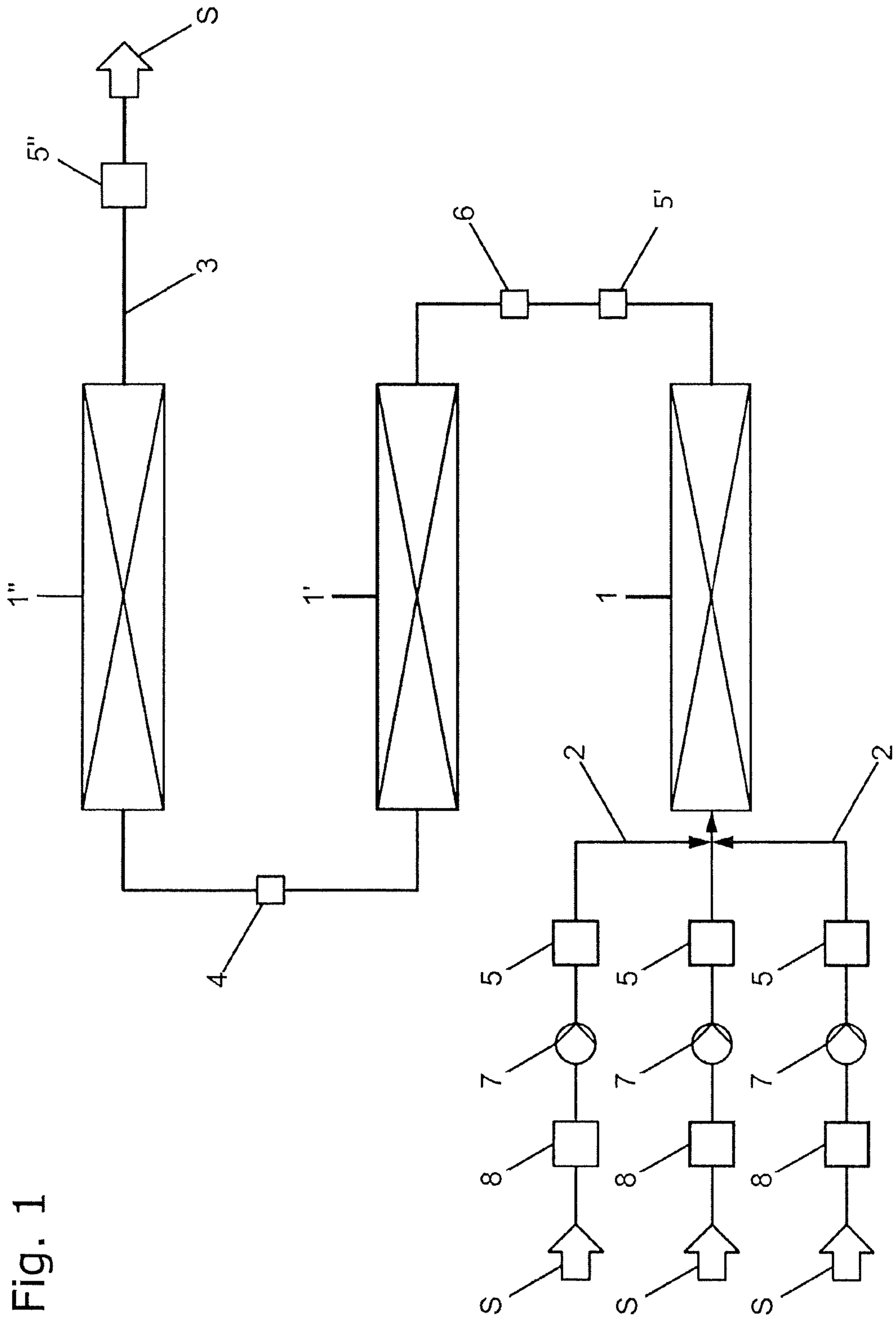


Fig. 1

Fig. 2a

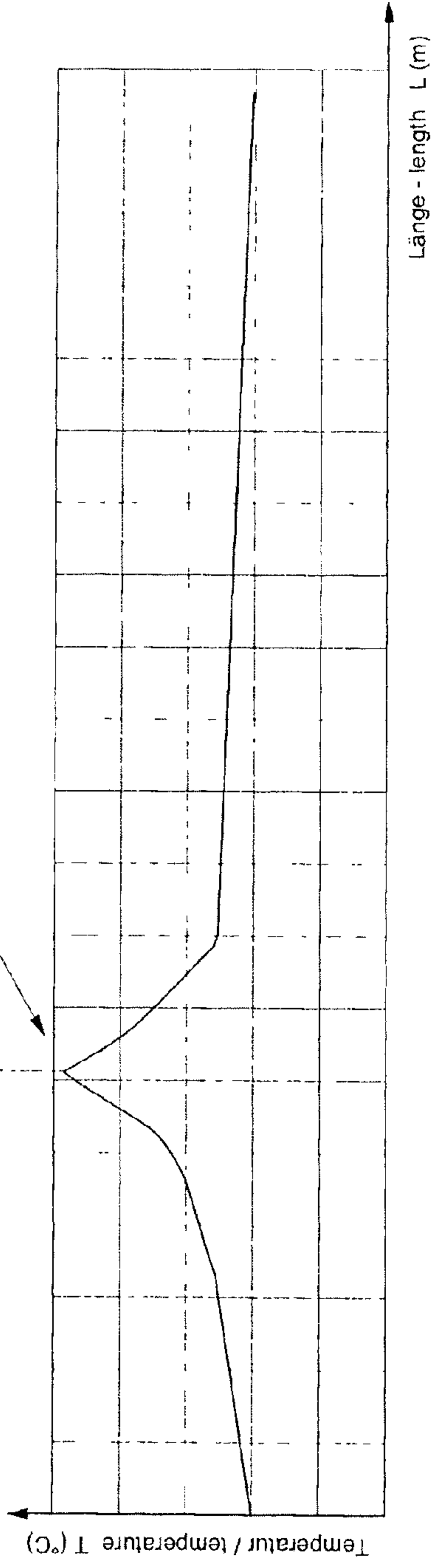
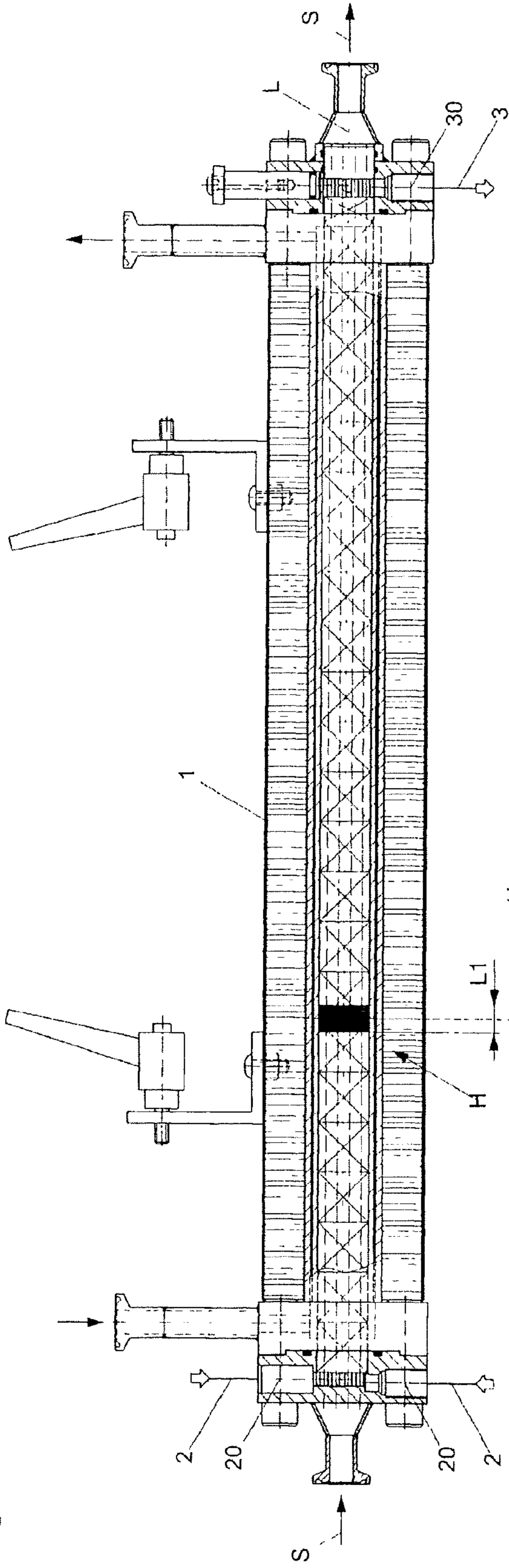


Fig. 2b

Fig. 3

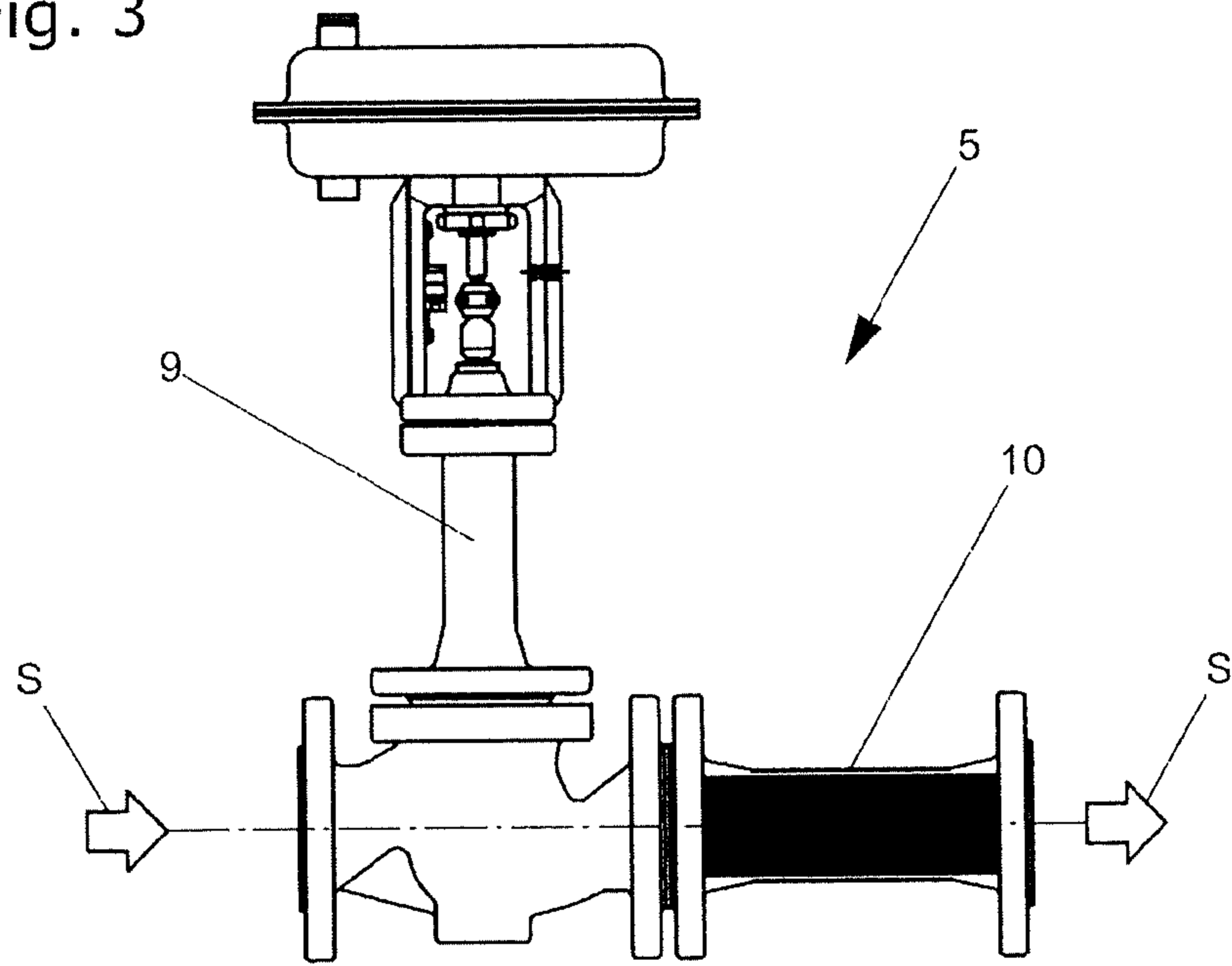


Fig. 4

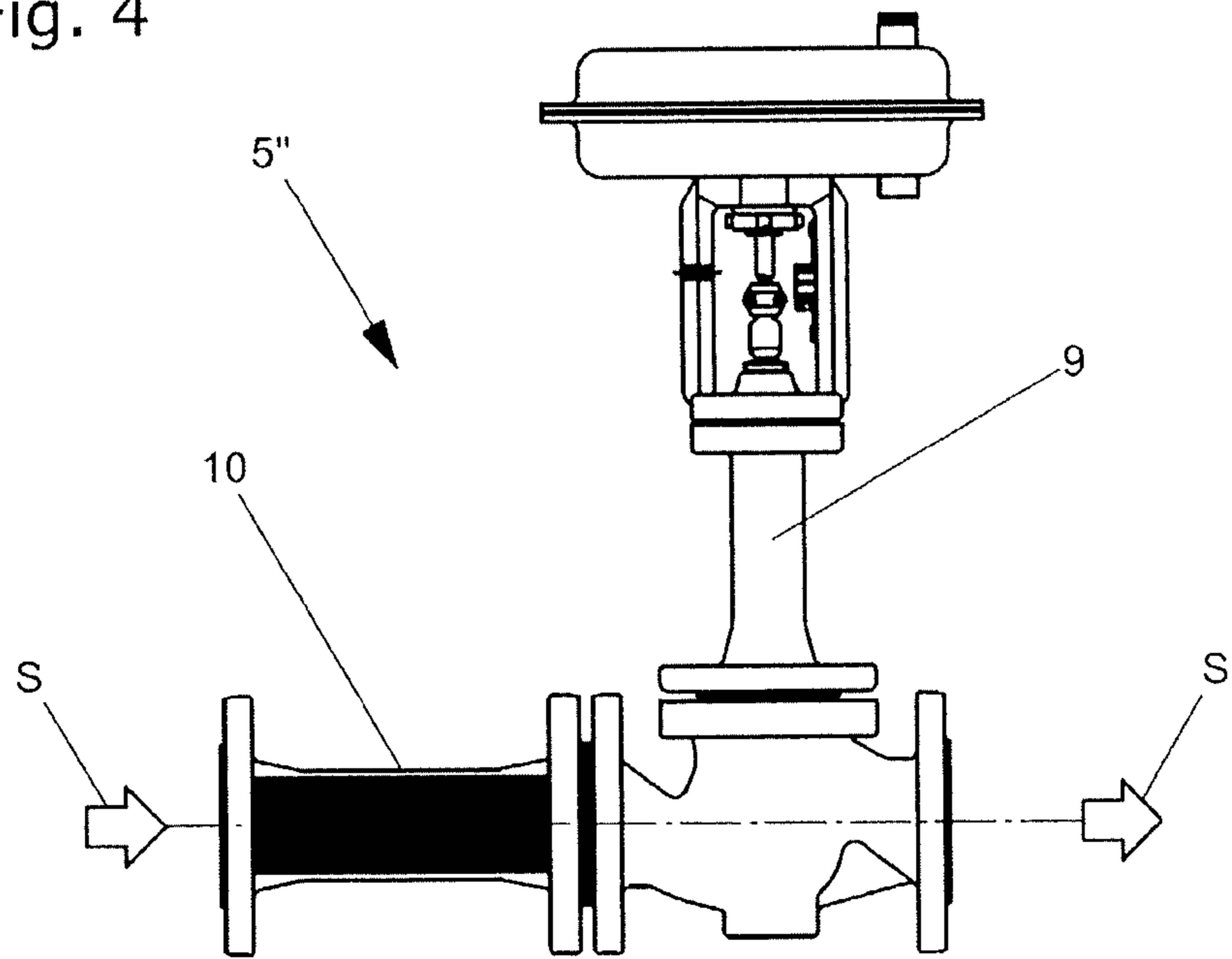


Fig. 5

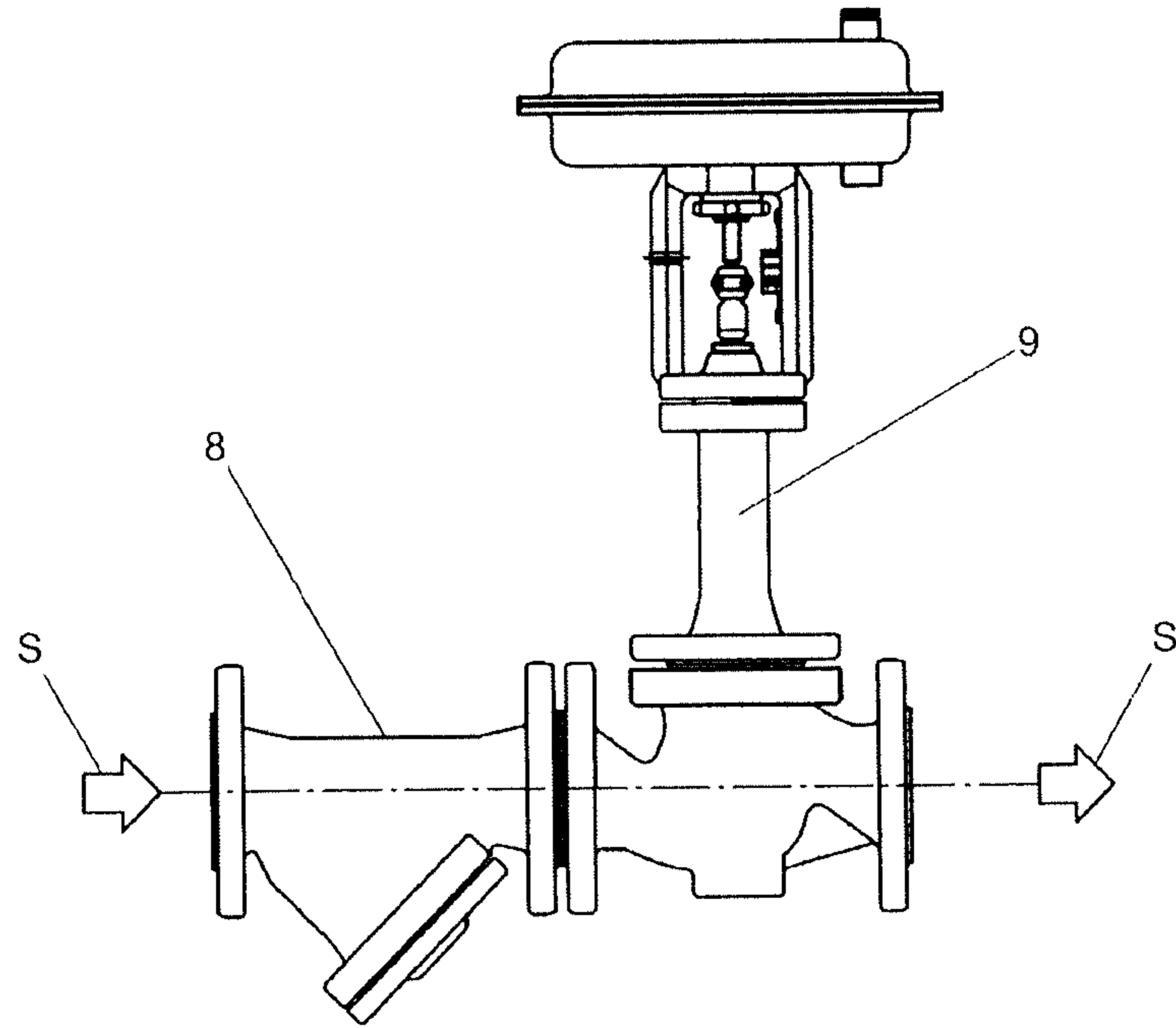
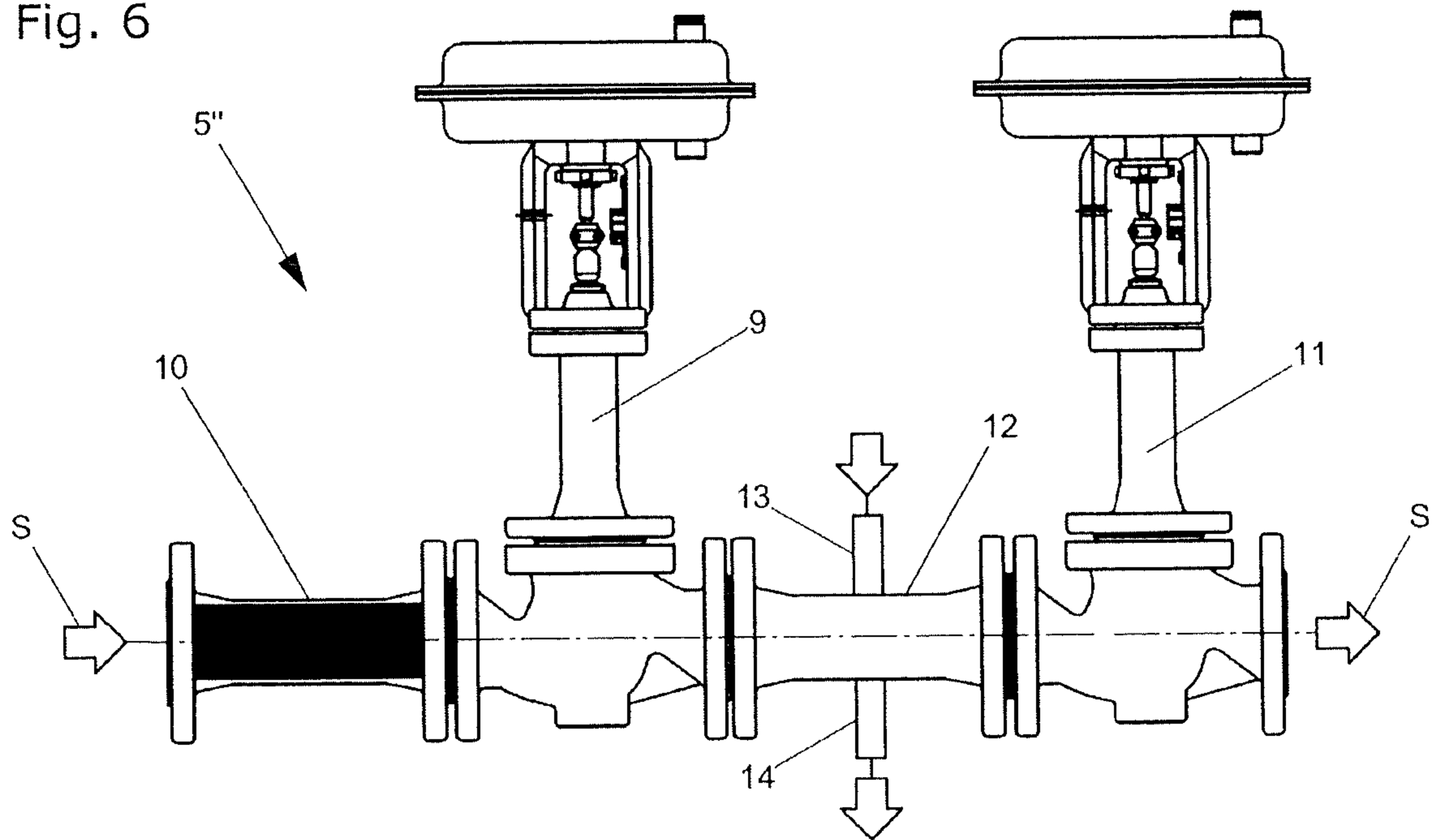


Fig. 6



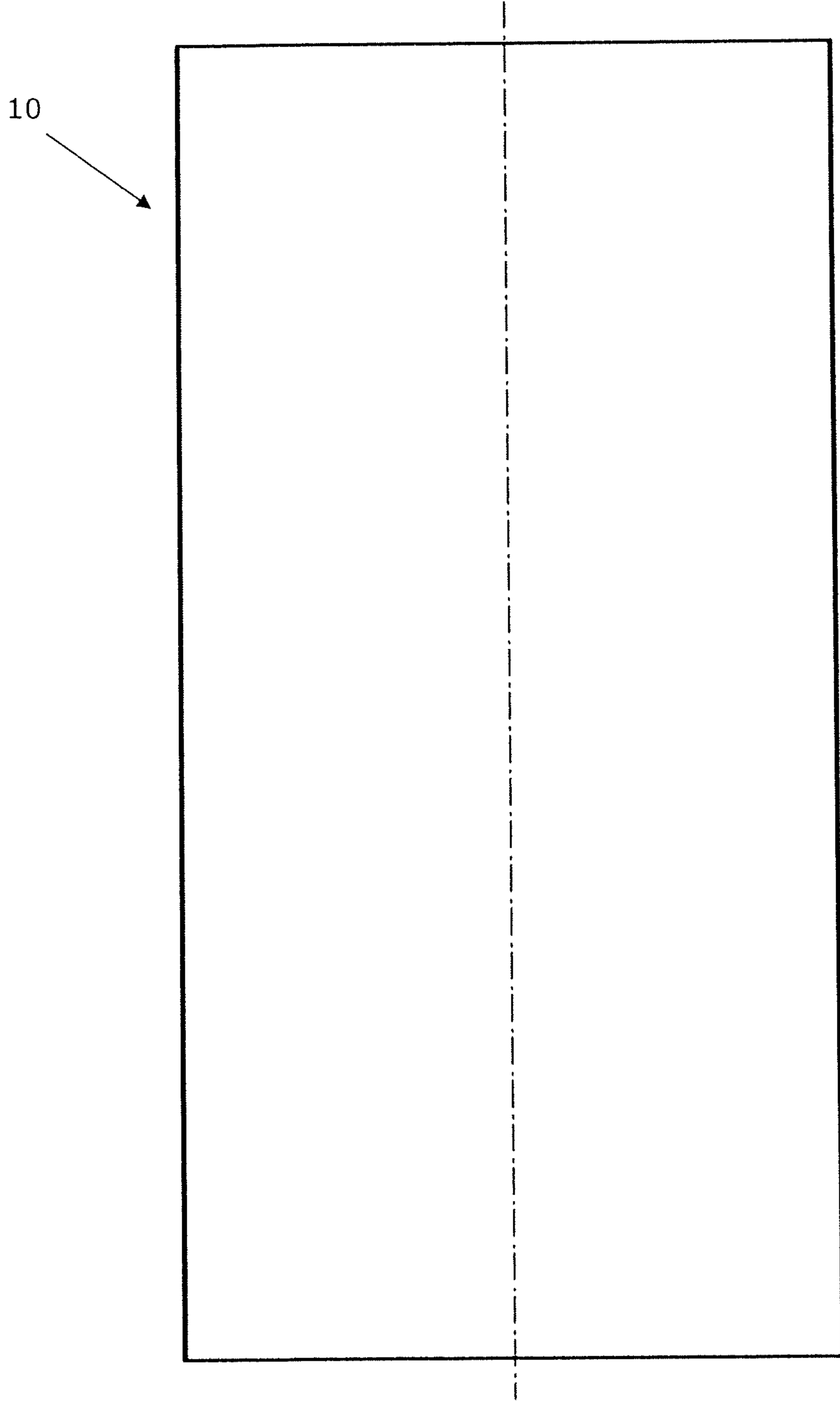


Fig. 7a

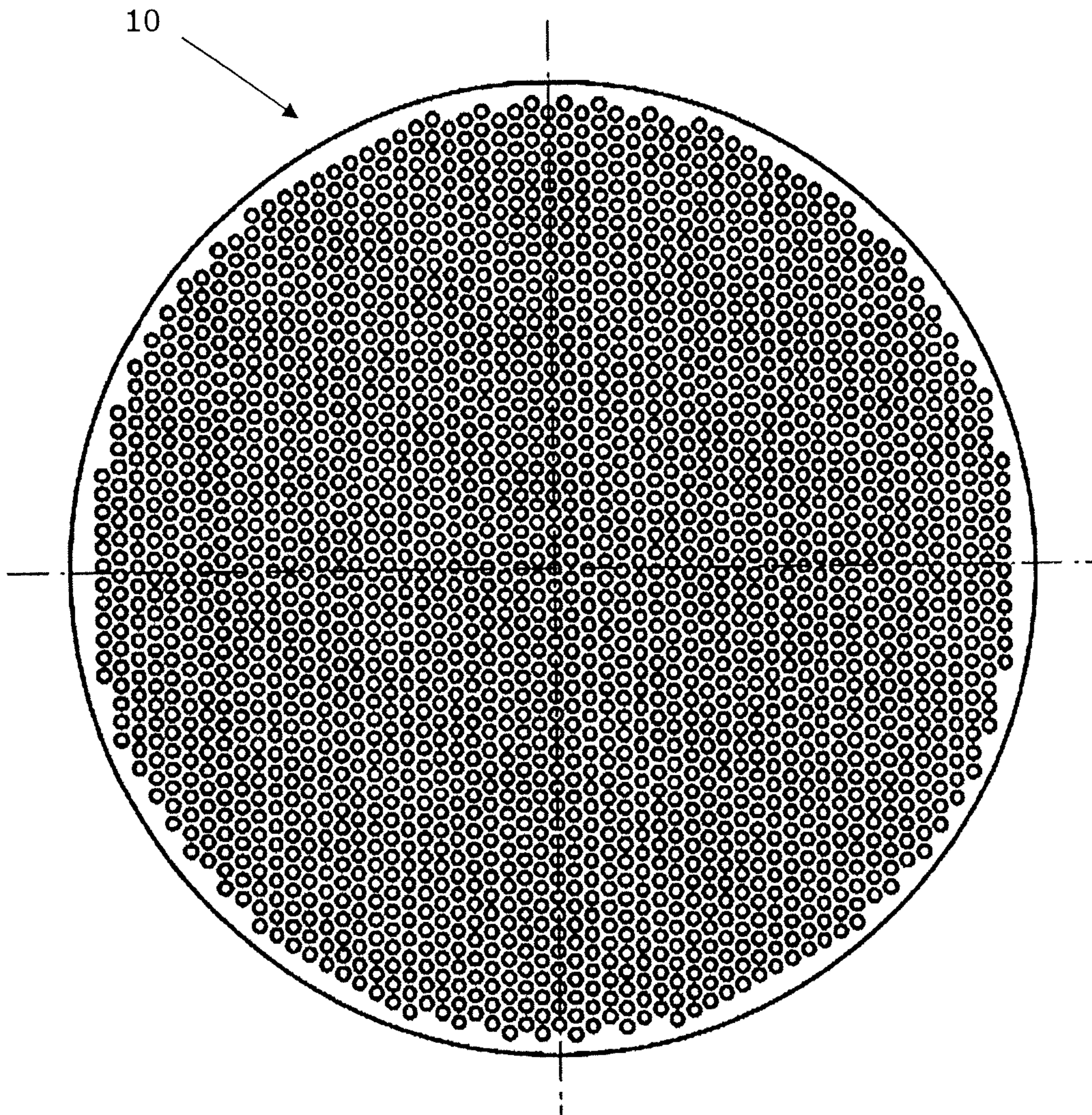


Fig. 7b