

000469

Abhandlung. III

Betrifft: Selbsttätige Regelung von Destillierkolonnen.

In der Abhandlung I (vom 10.8.43) sind die hohen Anforderungen erörtert, die an die Temperaturfühler von Reglern für die Blasendestillation eines Gemisches von Heptan und Toluol gestellt werden und die ein Ansprechen derselben bei Temperaturänderungen von $0,03^{\circ}\text{C}$ verlangen. Nun gibt es zwar Meßinstrumente, die elektrische, durch solche Temperaturänderungen hervorgerufene Spannungsänderungen anzeigen und auch Spannungs- und Leistungsverstärker, die so geringe Impulse bis zu der für den Antrieb mechanischer Regler erforderlichen Größe verstärken, es bleibt aber die Schwierigkeit, im Betriebe Störungen und äußere Einflüsse fernzuhalten, die leicht zu viel größeren Ausschlägen führen können.

Außer der bekannten Sicherung der Instrumente gegen induktive Beeinflussung durch Erdfelder, vagabundierende Ströme, Temperaturänderungen u.s.w., kommen hier vor allem zwei Maßnahmen in Betracht:

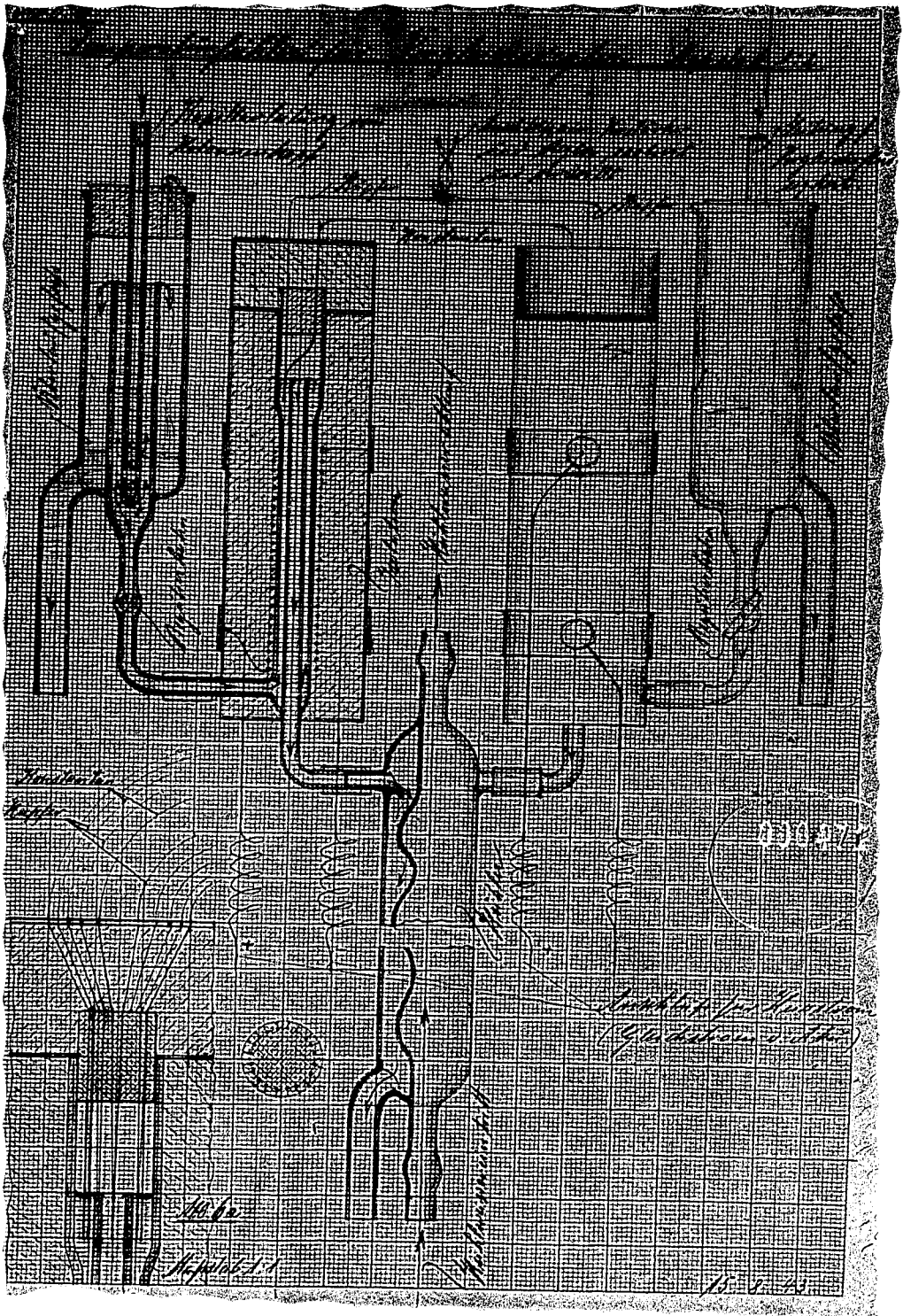
- 1) Die Verlegung der Temperaturabnahme vom Kopf der Kolonne in den Meß- und Bedienungsstand, dadurch daß man einen kleinen Teilstrom des Kopfproduktes kontinuierlich nach dort leitet und wieder auf Siedetemperatur erhitzt. Dabei kann man durch die Wahl einer geeigneten Entnahmestelle, durch feine Kapillarrohre und durch die Ausnutzung des normalerweise zur Verfügung stehenden Druckgefälles die Heranführung der Flüssigkeit so beschleunigen, daß keine nachteilige Zeitverschiebung zwischen Probeabnahme und Reglereinsatz eintritt. Dabei kann es zweckmäßig sein, den Zweigstrom unmittelbar vor dem Meßapparat nochmals zu teilen und gleichzeitig damit für einen geringen, gleichmäßigen Vordruck für die Feineinstellung zu sorgen.
- 2) Es empfiehlt sich, von einer Absolutmessung abzusehen und stattdessen eine Vergleichsmessung zu machen. (Dafür eignen sich sowohl Thermoelemente wie Widerstandsthermometer.) Als Vergleichsflüssigkeit kommt dabei in erster Linie das eigene, bereits auf Reinheit geprüfte Produkt aus einem vorhergehenden Betriebsabschnitt in Frage.

Abb. 6 zeigt an einem Beispiel, wie eine solche Präzisionsmessung mit einer einfachen, im eigenen Betrieb herstellbaren Apparatur durchgeführt werden kann. Eine Beschreibung dürfte sich erübrigen hingewiesen sei nur darauf, daß bei der Vergleichsmessung mit zwei gegeneinander geschalteten Thermoelementen die Nullpunkt- und Druckkompensation fortfällt.

Fig. 6a zeigt, wie durch Verwendung einer Thermokette, die ebenfalls bei der Vergleichsmessung sehr einfach wird, schon eine erhebliche Verstärkung des Temperaturimpulses möglich ist. Bei niedrig siedenden Produkten kann die Heizung fehlen und der Kühler durch eine Wasserstrahl-Vakuumpumpe ersetzt werden. Oft wird

es zweckmäßig sein, für die Regelung gar nicht mit den schwachen thermischen Impulsen zu arbeiten, sondern andere Eigenschaften der zu vergleichenden Flüssigkeiten auszunutzen, wie z.B. das spez. Gewicht (abgeänderte Mohr'sche Waage), das Brechungsvermögen (Refraktometer) oder die Lichtfortleitungsgeschwindigkeit (Interferometer). Auch mit derartigen Impulsen lassen sich technische Regler steuern. Ferner geben solche, für den Durchflußbetrieb eingerichtete Messungen eine vorzügliche Kontrolle für den thermisch gesteuerten Regler und sollten bei keiner Anlage fehlen.

gez. Kelting



Die zweite Kleinkolonne läßt sich durch einen normalen Kopf-
temperaturregler steuern, der auf die Siedetemperatur des
reinen, leichten Schlüsselproduktes eingestellt wird und den
Destillatablauf steuert. An seine Stelle kann aber die ein-
fachere und genauere Regelung treten, die in der Abhandlung I
(vom 10.8.43) beschrieben ist und auf Differenzmessung beruht.

Eine auf diese Weise gesteuerte Einrichtung zur Erzielung schar-
fer Schnitte an jeder beliebigen Stelle eines Vielstoffgemisches
zeigt Abb. 7.

Das Verfahren kommt besonders da in Frage, wo das Rohprodukt
(wie beim Erdöl) aus zahlreichen Verbindungen besteht, deren
Siedepunkte nahe beieinander liegen.

gez. Kelting

Abhandlung V

000475

Betrifft: Selbsttätige Regelung von Destillierkolonnen.

Die in der Abhandlung IV beschriebene Methode zur destillativen Trennung von Flüssigkeitsgemischen besitzt den Nachteil, daß sie ebenso wie die Blasendestillation bei scharfen Schnitten auf einen sehr empfindlichen Kopftemperaturregler angewiesen ist.

Dieser Nachteil ist bei einer anderen (erst später von mir entwickelten) Arbeitsweise vermieden, die nachstehend an einem praktischen Ausführungsbeispiel und der Abb. 8 erläutert ist.

Ein synthetisches Benzin soll zwischen der C₆- und C₇-Fraktion scharf geschnitten werden. Ein für diese Trennung konstruierter, normaler, stetig arbeitender Destillierapparat wird zunächst in bekannter Weise grob eingestellt. Sodann wird dem unteren Teil der Abtriebsäule ein kleiner Dämpfestrom entnommen und der Mitte einer kleinen Hilfskolonne zugeführt. Diese ist mit einem kräftigen Aufkocher und Rückflußkühler versehen und sorgt so dafür, daß sich die leichtsiedenden Bestandteile des Teilstromes im oberen Teil der Säule anreichern. Das der Hauptkolonne entnommene Gemisch enthält etwa 4 % C₆. Wird der Hilfskolonne kein Kopfprodukt entzogen (Rücklaufverhältnis ∞), so reichert sich das C₆ hier auf etwa 100 % an. Stellt man aber die Destillatentnahme so ein, daß etwa 8 % des Zulaufes dauernd abgezogen wird, so bildet sich ein Kopfprodukt, das 50 % C₆ und 50 % C₇ enthält. Ein an dieser Stelle angeordnetes Thermolement oder Widerstandsthermometer steuert dann bei einer Temperatur von 84° den Regler der Hauptkolonne in seine Mittelstellung ein. Fällt nun der Gehalt an C₆ im Entnahmestrom z.B. auf 2 % - versucht also die Hauptkolonne nach oben durchzugehen -, so ändert sich die Zusammensetzung des Hilfskolonnen-Destillates auf 25 : 75 % und der dadurch bedingte Ausschlag des Thermometers um etwa 7° bewirkt eine Drosselung des Destillatablaufes und die Wiederherstellung des Gleichgewichtes in der Hauptkolonne durch den Regler. Umgekehrt hat eine Zunahme des C₆-Gehaltes auf 6 % - also der Versuch der Hauptkolonne, nach unten durchzugehen - eine Änderung in der Zusammensetzung des Hilfskolonnen-Destillates auf 75 : 25 % zur Folge und ein Arbeiten des Reglers in der umgekehrten Richtung unter einem Impuls von wieder ca. 7° im Thermometer. Die Hilfskolonne schaltet also nicht nur die Schwankungen in der Zusammensetzung des Rohproduktes aus, sondern sie verstärkt auch die schwachen, sich aus der Änderung des C₆-Gehaltes ergebenden Temperaturdifferenzen auf das 12,5-fache.

Die Hilfskolonne entspricht in Größe und Einrichtung etwa einer normalen Labor-Füllkörperkolonne für grobe Trennungen. Bauvorschlüsse stehen gern zur Verfügung. Der Regler ist ein marktüblicher Kopftemperaturregler, dessen Temperaturfühler in den Kopf der Hilfskolonne eingebaut wird. Auf diese Weise lassen sich mit verhältnismäßig groben Hilfsmitteln außerordentlich feine Wirkungen erzielen.

Grundbedingung für diese Arbeitsweise ist wieder, daß das Rücklaufverhältnis - also die Dampfmenge zum Rohproduktzulauf der Hauptkolonne - richtig eingestellt ist. Alsdann wird durch einfaches Einstellen des Reglers auf die Zwischentemperatur der Siedepunkte der beiden Schlüsselkomponenten (d.s. die reinen Stoffe zwischen denen das Gemisch getrennt werden soll) ein eventuell auf Bruchteile eines Prozentes genauer Schnitt selbsttätig durchgeführt. Die im Betrieb üblichen Schwankungen im Dampfdruck, in der Pumpenleistung, in der Gemischzusammensetzung u.s.w. werden von selbst kompensiert.

In Abb. 9 ist noch der Zusammenhang der Gemischzusammensetzung in der Haupt- und Hilfskolonne schematisch gezeigt. Dieser Abb. ist auch zu entnehmen, daß für die Teilstromentnahme ein Boden in Frage kommt, auf dem Schwankungen in der Zusammensetzung der leichtsiedenden Bestandteile sich praktisch nicht mehr auswirken, während andererseits die leichtsiedende Schlüsselkomponente noch möglichst stark vertreten ist, damit das Verstärkungsverhältnis der Hilfskolonne nicht allzu groß zu werden braucht; denn dieses beeinflußt wieder das zeitliche Ansprechen des Reglers.

gez. Kelting

Abhandlung VI

000478

Betrifft: Selbsttätige Regelung von Destillierkolonnen.

In der Abhandlung I sind bereits die Bedingungen geschildert, unter denen ein automatischer Regler bei der diskontinuierlichen Blasendestillation zur Trennung eines Zweistoffgemisches arbeiten muß. Nachstehend ist nun kurz auf die Verhältnisse eingegangen, die beim Übergang zu Vielstoffgemischen entstehen.

Handelt es sich um eine Mischung von verhältnismäßig wenigen Stoffen, die alle in großer Reinheit gewonnen werden sollen, so ergibt sich die Betriebsweise von selbst: Man stellt den üblichen Kopf-temperatur-Regler nacheinander auf die Siedetemperatur dieser Stoffe ein und destilliert jede für sich mit langsam steigendem Rücklaufverhältnis ab. Das man dazu, bei den normalerweise sehr geringen Temperaturimpulsen und dem stark wechselnden Rücklauf, sehr empfindliche Regler gebraucht, ist bereits gesagt worden (Abh. I u. III). Die auf dem Blatt 6 dargestellte Regleranordnung kann hierbei von Nutzen sein.

Schwieriger wird die Regelung, wenn es sich darum handelt, aus einem Gemisch von sehr vielen - im engen Bereich siedenden - Stoffen einen einzelnen oder eine kleine Stoffgruppe herauszuschneiden. Hier erfordert die stufenweise Destillation der einzelnen leichter siedenden Stoffe einen zu großen Dampfverbrauch. Stellt man aber (wie beim kontinuierlichen Betrieb möglich) den Kopfregler so ein, daß die leichter siedenden Stoffe gleichzeitig abgetrieben werden, so zeigt sich schon nach kurzer Zeit, daß diese Einstellung dauernd geändert werden muß. Mit dem fortschreitenden Abtrieb der Blase erweist sich eine immer höhere Kopf-temperatur als notwendig, da der Gehalt an niedrig siedenden Stoffen in der Blase und im Destillat immer geringer wird. Für diese Regelung versagt z.Zt. noch jede Automatik.

Zu einem besseren Ergebnis kommt man, wenn der Temperaturfühler des Reglers im Unterteil der Destillierblase angeordnet wird. Wie leicht gezeigt werden kann, ist das Mindestrücklaufverhältnis stark abhängig von dem jeweiligen Gehalt an leichtsiedendem in der Blasenfüllung und somit auch von der Temperatur an dieser Stelle. Bei genauer Analyse des eingefüllten Rohproduktes läßt sich daher eine Eichkurve ermitteln für die RücklaufEinstellung während des ganzen Destilliervorganges. Damit ist dann ein einigermaßen scharfer "Vorschnitt" bei günstigstem Dampfverbrauch möglich.

Durch einen "Nachschnitt", gesteuert durch den auf die Siedetemperatur der leichtersiedenden Schlüsselkomponente eingestellten Kopf-temperaturregler kann dann die gewünschte scharfe Trennung erreicht werden.

Besteht die leichtersiedende Schlüsselkomponente aber nicht aus einem vollkommen einheitlichen Produkt (wie das beim Erdöl oft der Fall ist), so wird man bei der diskontinuierlichen Arbeitsweise nie die Schnittschärfe erzielen, die beim kontinuierlichen Betrieb mit viel einfacheren Mitteln möglich ist.

000479

Abhandlung VII.

Kontinuierlicher oder diskontinuierlicher Betrieb?

Die beim kontinuierlichen und diskontinuierlichen Betrieb an eine automatische Regelung gestellten Aufgaben sind in sechs kleineren Abhandlungen eingehend besprochen. Es ist gezeigt worden, daß beim kontinuierlichen Betrieb dieselben mit markt-gängigen Meß- und Reglerausführungen ohne besondere Schwierigkeiten gelöst werden können, während der diskontinuierliche Betrieb viel höhere Anforderungen stellt, für die es zum Teil noch keine vollbefriedigende Lösungen gibt.

Neben der automatischen Regelung sind aber eine Reihe von anderen Gesichtspunkten für die Klärung der oben gestellten Hauptfrage von ausschlaggebender Bedeutung; so der Dampf- und Kühlwasserverbrauch, der Baustoff- und Geldaufwand für die Beschaffung der Anlage, die Bedienungskosten und die Betriebssicherheit.

Dampf wird zunächst zum Erhitzen des Rohproduktes auf Siede-temperatur und zur Verdampfung der abzutrennenden leichtsieden- den Stoffe gebraucht und zwar für beide Verfahren gleich viel - wenn man von dem beim kontinuierlichen Betrieb möglichen Wärme- austausch zwischen zu- und abfließendem Produkt absieht.

Erheblich mehr Dampf erfordert aber normalerweise die ständige Wiederverdampfung des Rücklaufes. Dieser ist bei beiden Ver- fahren verschieden, als Mindestrücklaufverhältnis aber für jede Destillation rechnerisch zu ermitteln. Besonders einfache Be- ziehungen ergeben sich für die vollständige Trennung von idealen Lösungen. Als geometrischen Ort für das Mindestrücklaufverhält- nis in Abhängigkeit von dem Gehalt des Rohproduktes an Leicht- siedendem erhält man im logarithmischen Koordinatensystem eine unter 45° geneigte Gerade, deren Lage nur von dem Verhältnis der Siededrucke der beiden zu trennenden Stoffe abhängt. Abb. 10 zeigt diese Geraden für eine Reihe von Stoffpaaren. Diese Ge- setzmäßigkeit gilt nicht nur für Zweistoffgemische, sondern bei entsprechender Umrechnung auch für die Schlüsselkomponenten von Vielstoffgemischen.

Den Linienzügen der Abb. 10 kann man auch das Mindestrücklauf- verhältnis beim diskontinuierlichen Plasenbetrieb entnehmen. Zu Beginn der Destillation ist es dasselbe wie beim kontinuier- lichen Verfahren; da aber der Gehalt an Leichtsiedendem in der Plasenfüllung dauernd abnimmt, so muß das Mindestrücklaufver- hältnis entsprechend steigen. Einen Anhalt für das sich daraus ergebende "mittlere Mindestrücklaufverhältnis" bei verschiedenen Anfangs- und Endkonzentrationen in der Blase gibt die Abb. 11 am Beispiel der Benzol-Toluol-Trennung. Man kann daraus ent- nehmen, daß dasselbe mehrfach so hoch wie beim stetigen Betrieb werden kann (siehe auch das eingetragene Beispiel).

Der sich so ergebende Gesamtdampfverbrauch wird bei der Blasendestillation von Erdölen und synthetischem Benzin durchschnittlich etwa das Doppelte von dem des kontinuierlichen Verfahrens betragen.

Das stetige Verfahren bietet aber noch eine weitere Möglichkeit der Dampfersparnis. Dieselbe ergibt sich dadurch, daß man von einem Vielstoffgemisch nicht eine Fraktion nach der anderen abspaltet - wie beim Blasenbetrieb üblich - sondern das Rohprodukt zunächst in zwei möglichst gleiche Hälften teilt und diese weiter so lange hälftig teilt bis die einzelnen Fraktionen voneinander getrennt sind. Bei einer aus acht Stoffen bestehenden Lösung ergibt sich z.B. eine Dampfersparnis von 30 %. Theoretisch läßt sich auch in der Blase dieser "Teilungsbetrieb" durchführen; in der Praxis ist aber die Durchführung so schwer (siehe Abhandlung V), daß dieselbe nicht infrage kommt.

Der Dampfverbrauch bestimmt gleichzeitig den Kühlwasserverbrauch, denn alle durch den Dampf zugeführte Wärme muß durch das Kühlwasser wieder abgeleitet werden. So bringt der kontinuierliche Betrieb auch erhebliche Ersparnisse an Wasser.

Aber auch die Beschaffungskosten der Anlage stehen in einem bestimmten Verhältnis zum Dampfverbrauch. So kann die gesamte Heiz- und Kühlfläche der stetig arbeitenden Anlage im Verhältnis der Dampfersparnis kleiner bemessen werden, als bei der Blasendestillation. Das gleiche gilt für den Gesamtquerschnitt der Destillierkolonnen. An die Stelle der schweren, viel Material beanspruchenden Blasen treten die viel leichteren Abtriebsstulen der kontinuierlichen Destillation. Bei der Verarbeitung von Erdölen wird es oft nötig (mit Rücksicht auf die ersten leichtsiedenden Produkte), die ganze Blasendestillation für einen höheren Dampfdruck zu bemessen, während man beim stetig arbeitenden Verfahren ganz ohne Druck oder mit Druck nur in der ersten Kolonne auskommt. Auch in der zugehörigen Behälteranlage lassen sich beim kontinuierlichen Betrieb Ersparnisse erzielen.

Demgegenüber steht die oft verblüffende Einfachheit der Blasenapparatur: Ist ein Vielstoffgemisch beispielsweise in acht Fraktionen aufzuteilen, so läßt sich dieses in einer einzigen Blase bewerkstelligen, während der kontinuierliche Betrieb die Aufstellung von sieben Destilliersäulen bedingt, mit einer entsprechenden Zahl von Erhitzern, Kühlern, Rohrleitungen u.s.w. Der Querschnitt der Blasenkolonne muß allerdings etwa das 20-fache jeder Einzelsäule betragen und die Blase selbst nimmt gegenüber der stetig arbeitenden Apparatur geradezu riesenhafte Ausmaße an. Bei großen Durchsatzleistungen der Anlage ist daher bald die Grenze erreicht, bis zu der man mit einer Blase auskommt. Je mehr Blasen nun erforderlich werden und je weniger Fraktionen abzutrennen sind, desto ungünstiger werden die Verhältnisse für den diskontinuierlichen Betrieb.

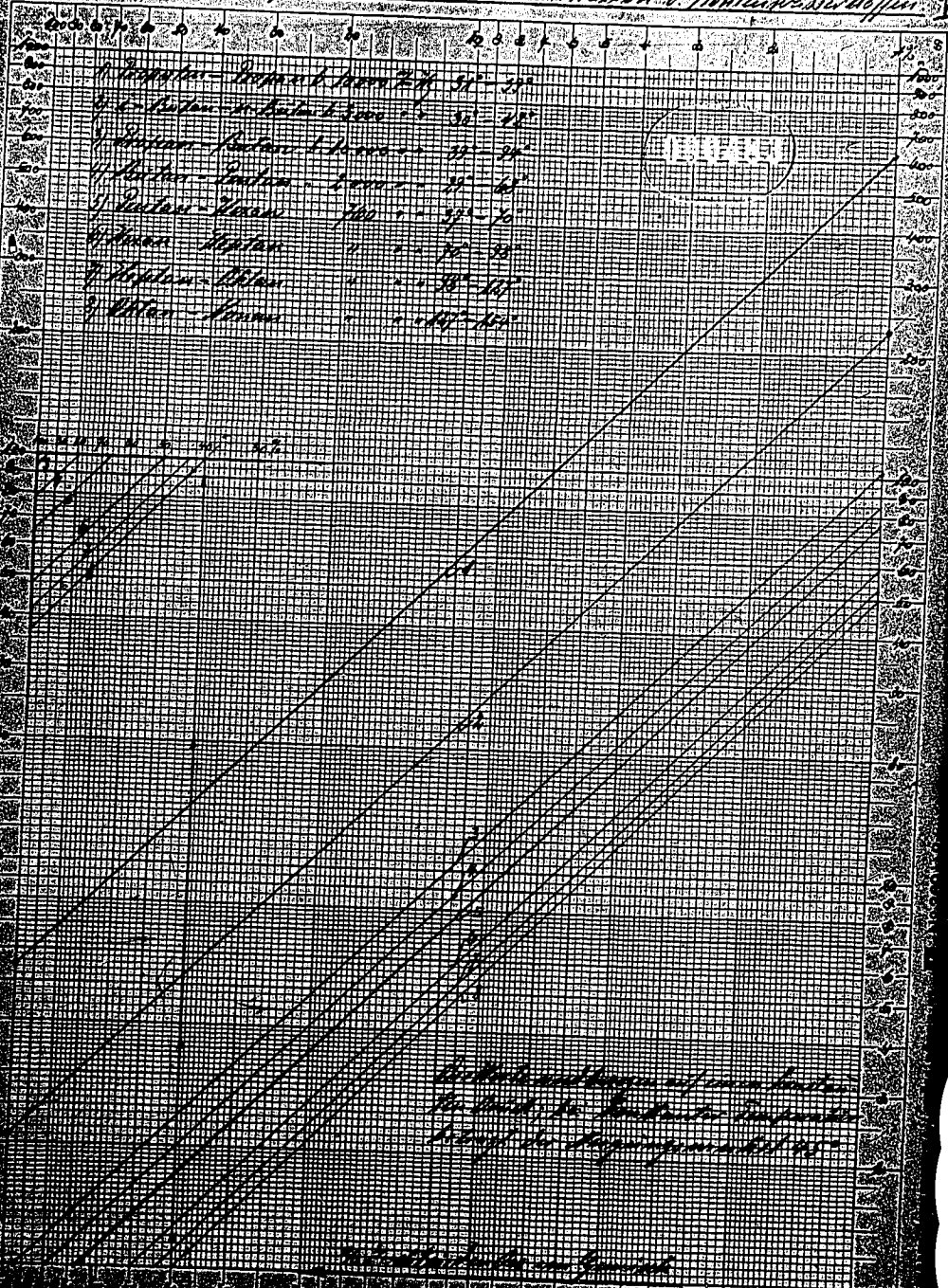
Die Bedienung einer Blasendestillation mit dem stets wechselnden Betrieb stellt viel höhere Anforderungen an das Personal, als der kontinuierliche Betrieb, selbst wenn derselbe eine größere Serie von Kolonnen erfordert. Die Anforderungen beziehen sich dabei nicht nur auf die Zahl, sondern auch auf die Qualität der Leute, die durch automatische Einrichtungen nur wenig entlastet und schwer kontrolliert werden können. Demgegenüber läuft der leicht einstellbare kontinuierliche Betrieb praktisch von selbst.

Unter diesen Umständen ist natürlich auch die Betriebssicherheit und die Gewähr für einwandfreie Produkte beim kontinuierlichen Betrieb eine viel größere - ganz abgesehen von den Schwierigkeiten, die der Plasenbetrieb schon rein theoretisch der Gewinnung scharf geschnittener Produkte entgegengesetzt.

Das Ergebnis wochenlanger, umständlicher Rechnungen und Überlegungen, die sich bis zu konstruktiven Details ausgedehnt haben, ist daher die Bestätigung der auch von anderer Seite behaupteten Überlegenheit des kontinuierlichen Betriebes in jeder Richtung - auch bezüglich Trennschärfe und Regelbarkeit. Die Arbeit dürfte aber in viele Zusammenhänge Klarheit gebracht und die zahlenmäßige Feststellung der erzielbaren Vorteile erleichtert haben. Darüber hinaus dürften die Vorschläge bezüglich der Regelung (wenn dieselben auch für manchen Spezialisten wenig Neues bringen) für die z.Zt. zu lösenden Aufgaben nützliche Hinweise enthalten.

gez. Kelting

Abdruck auf - Verhältnis d. Verdichtung v. Kohlenwasserstoffen



BEWEIS

*Die hier gezeichneten Linien sind
für die Bestimmung der
Verhältnisse der Kohlenwasserstoffe*

aus dem Dampfdruck