

Leuna- Werke, den 18. Dezember 1934

Aktennotiz

über

die Leistung des Feld - Wäschers bei der Alkacid- Entschwefelung
der H₂- Rückgase.

Wenn man geeignete kurze Berührungsdauern zwischen Gas und Lauge einhält und gleichzeitig die Lauge auf eine größtmögliche Oberfläche ausbreitet, so kann man aus Schwefelwasserstoff und Kohlensäure enthaltenden Gasen den Schwefelwasserstoff mit Alkacidlauge (wahrscheinlich aber mit allen Laugen, und auch mit Wasser) praktisch selektiv auswaschen. Unter Benutzung von Desintegratoren als Wascheinrichtung war es in dieser Weise möglich, bei gleichzeitiger Gasreinigung eine Aufladung der Alkacidlauge von $18 \text{ m}^3 \text{ H}_2\text{S}$ pro m^3 Lauge zu erzielen.

Von anderen Intensivwäschern interessierte, worauf besonders Herr Dr. Bähr hinwies, am meisten der Fliehkraft - Schleuderwäscher von Walther Feld wegen seines geringen Energieverbrauches und wegen seines besonderen Aufbaus, der die erstrebte "Großoberflächen - Kurzwäsche" innerhalb eines Wäschers in den hintereinander geschalteten Trichtergruppen in der Regel 8 mal wiederholt.

Es wurde zuerst damit begonnen, nach dem Feld - Prinzip arbeitende Schleudergruppen für die Versuche selbst aufzubauen. Diese Arbeiten konnten aber eingestellt werden, sobald es den Bemühungen von Herrn Dr. Bähr gelungen war, den einzigen Versuchswäscher der Feld Gesellschaft - Essen zu beschaffen. Die Durchführung der lange vorgesehenen Versuche verzögerte sich aber dann noch einmal, weil der gelieferte Versuchswäscher, als er eintraf,

nicht betriebsfertig war und zuerst in unseren Werkstätten im Stand gesetzt werden mußte. Doch konnte die Überprüfung der Waschleistung des Feld - Wäschers noch so zeitig vorgenommen werden, daß die Ergebnisse bei der Beschlussfassung über den weiteren Ausbau der Alkali-Anlage vorlagen.

Beschreibung des Wäschers.

Der benutzte Versuchswäscher hatte eine lichte Weite von 800 mm und bis zur Raube eine Höhe von 3160 mm. Auf der Welle waren 7 Trichtergruppen angeordnet, an den Innenwandungen die dazu gehörigen Tassen und Fangbleche aufgehängt. Die 6. Gruppe von oben des für 8 Trichtergruppen eingerichteten Wäschers war ausgelassen. Den äußeren Aufbau des Wäschers zeigen die Lichtbilder 1 und 2, sein innerer Aufbau wird aus der Schnittzeichnung von Figur 1 und den Lichtbildern 3 und 4 erkenntlich.

Der von der Lauge besprühte Raum einer Trichtergruppe ist in der Figur 2 durch grüne Umrahmung gekennzeichnet, derjenige Teil des besprühten Raumes, den das Gas durchstreicht, also der Waschraum ist rot schraffiert. Wie aus Figur 2 zu entnehmen ist, betrug der Waschraum einer Trichtergruppe 25 Liter ^{*)}, der gesamte Waschraum des Wäschers demnach 175 Liter.

Für die Welle war eine Drehzahl von rund 300 U/Minute vorgeschrieben worden, dies entsprach einer mittleren Umfangsgeschwindigkeit des schleudernden Oberteils der Außentrichter von 6 m/sec. Bei den großen Wäschern kann die Welle um \pm 25 mm gehoben bzw. gesenkt werden. Durch diese Maßnahme ist ein Mittel an die Hand gegeben die geschleuderte Lauge in bestimmten Grenzen zu ändern, da die Trichter je nach ihrer Tauchtiefe in der Lauge der Tasse mehr oder weniger Lauge ansaugen. Da der Versuchswäscher über diese Einrichtung

^{*)} von der Feld Gesellschaft ist der Waschraum einer Gruppe mit 25,2 Liter angegeben worden.

nicht verfügte, würde, um die geschleuderte Lauge menge zu ändern, die Drehzahl der Welle geändert (siehe später).

Die von den Trichtern versprühte Lauge ist sicherlich nicht so fein verteilt wie die von den Schaufelkörben des Desintegrators zerschlagene Lauge. Aber die Menge der geschleuderten Lauge ist ungleich größer. Von der Feld Gesellschaft wurde angegeben, daß bei einem Wäscher (3000 mm Ø) für 50 m³ Lauge/Stunde, in welchem die Trichter mit gleicher Umfangsgeschwindigkeit wie die Trichter unseres Versuchswäschers laufen, pro eine Sekunde pro ein Trichter 90 Liter Lauge geschleudert werden. Das bedeutet, daß in den 8 Gruppen des Wäschers 2600 m³ Lauge pro Stunde versprüht werden!

Versuche.

Schwefelwasserstoff- Aufnahme und Gasbelastung.

Weil die Zeit, in der Lauge und Gas in gegenseitiger Berührung stehen, bei Schwefelwasserstoff und Kohlensäure enthaltenden Gasen von Ausschlag gebender Bedeutung für die Schwefelwasserstoffbeladung der Lauge ist, wurde die Leistung des Wäschers bei den verschiedensten Gasbelastungen (zwischen 100 und 1000 m³/Stunde) aufgenommen. Für jede Gaseinstellung wurde die Mindestmenge von Lauge ermittelt, mit der die Hy- Gase auf den vorgeschriebenen Reinheitsgrad (rund 5 g H₂S/ m³) entschwefelt werden. Dieses Waschverhältnis wurde dann jeweils einige Zeit beibehalten, mindestens aber so lange, bis mehrmals hintereinander ausgeführte Gas- und Laugeanalysen gezeigt hatten, daß sich der Gleichgewichtszustand eingestellt hatte.

Die Versuche wurden mit regenerierten Laugen ausgeführt, welche den Kreislauf von System I der großen Waschanlage entnommen und nach der Beladung im Versuchswäscher wieder in das System I zurückgeführt wurden. Die Laugen wurden im Austreiber I (zusammen mit der gesättigten Lauge von System I) mit 100 kg Dampf pro 1 m³ Lauge regeneriert und stellten mit einem Gaswert von 13 - 14 vorzügliche abgetriebene

Frischlaugen dar. Bei der Vergleichung der im Feld Wäscher erzielten Laugeaufladungen mit den seiner Zeit in den Versuchsdesintegratoren gewonnenen Ergebnissen *) muß man berücksichtigen, daß in den damaligen Regenerierkolonnen mit 100 kg Dampf pro 1 m³ nur auf einen Gaswert von 16 regeneriert werden konnte. Um richtig zu vergleichen, wird man von den jetzigen H₂S- Aufladungen 1 - 2 Punkte absetzen oder den früheren Aufladungen 1 - 2 Punkte zufügen müssen.

Die gewonnenen Ergebnisse sind in der Tabelle 1 zusammengestellt. Man erkennt, daß im Feld Wäscher bei gleichzeitiger Reinigung der Gase sehr große Schwefelwasserstoffaufladungen der Alkaldiläugen erzielt wurden. Diese betragen bei Belastungen von 375 bis 750 m³ Gas pro Stunde 17 bis 21 m³ H₂S pro 1 m³ Lauge. Die Schwefelwasserstoffaufnahme im Feld Wäscher ist damit mindestens ebenso hoch wie diejenige, welche bei der Desintegratorwaschung erreicht wird (16 m³ H₂S pro 1 m³ Lauge). Es besteht aber der große Unterschied, daß die hohe Schwefelaufnahme im Feld Wäscher bei viel weitergehender Reinigung der Gase (3 - 5 g H₂S/m³) wie im Desintegrator (8 - 10 g H₂S/m³) erzielt wird. Außerdem ist der Energieverbrauch des Feld Wäschers sehr viel niedriger wie der der Desintegratoren. Für die Reinigung von 1000 m³ Hy- Gas mußten aufgebracht werden:

bei der Waschung in 2 Desintegratoren: 9 kWh

" " " in Feld Wäscher: 2 - 3 kWh.

Sicherlich könnte man die Waschleistung bei der Desintegratorwaschung noch erhöhen, wenn man etwa 3 oder noch mehr Desintegratoren hintereinander anordnete und wahrscheinlich könnte die Drehzahl der Desintegratoren unbeschadet der Leistung verringert werden, aber man gelangte auf diese Weise schwerlich zu einer Anordnung, welche mit geringerem Energieverbrauch arbeiten würde wie der Feld Wäscher.

Aus Tabelle 1 ist weiter zu ersehen, daß die günstigen Bedingungen

*) vergl. Aktennotiz Braus vom 30. Mai 1964

gen für eine große Schwefelwasserstoffaufladung bei Gasbelastungen unter $375 \text{ m}^3/\text{Stunde}$ bzw. Verweilzeiten von über 1,7 Sekunden nicht mehr bestehen. Gas und Lauge bleiben dann bereits so lange in Berührung, daß anstelle des Schwefelwasserstoff größere Mengen von Kohlensäure von den Laugen aufgenommen werden (siehe Versuch 1 und 2 und Figur 1).

Auch bei einem Gasdurchsatz von $1000 \text{ m}^3/\text{Stunde}$ konnte eine Reinigung der Gase nicht mehr erzielt werden, offenbar weil der Wäscher dann überlastet war. Die Lauge geriet bei dieser Einstellung leicht in einen schaumigen Zustand, sodaß ein geregelter Betrieb nicht mehr aufrecht erhalten werden konnte.

Der richtige Feld Wäscher- Waschraum für die Alkacidentschwefelung der H_2 - Gase, welcher bei der Bemessung genau zu beachten ist, beträgt somit:

$300 \text{ Liter Waschraum für } 1000 \text{ m}^3 \text{ Gas } \pm 35 \% \text{ pro 1 Stunde.}$

Über das Fortschreiten der Laugeaufladung in den verschiedenen Trichtergruppen unterrichten die in Tabelle 2 aufgeführten und in Figur 1 dargestellten Werte. Diese zeigen, daß bei den als günstig erkannten Gasbelastungen sämtliche Gruppen an der Schwefelwasserstoffaufladung teilnehmen, daß aber bei den kleineren Gasdurchgängen bis 5 Trichtergruppen an der Schwefelwasserstoffauswaschung der Gase überhaupt nicht beteiligt waren. Diese im Gasausgang und im Laugeingang des Wäschers liegenden Trichtergruppen nahmen aber jeweils beträchtliche Mengen von Kohlensäure auf, wodurch aber ein Teil des beladbaren Teils der Lauge der dann folgenden Schwefelwasserstoffaufnahme entzogen wurde. Hieraus ergibt sich, daß man in Fällen, wo ein vorhandener Feld Wäscher mit kleineren Gasbelastungen als den vorgeesehenen gefahren werden soll, durch Ausschalten eines entsprechenden Teils der Trichtergruppen wieder zu einer besseren Aufladung der Lauge gelangen wird. Man hat aber zu bedenken, daß durch das Außerbetrieb-

setzen nur die richtige Verweilzeit wiederhergestellt werden kann, daß aber durch diese Maßnahme die - auf die Endreinigung wahrscheinlich sehr vorteilhaft wirkende - Gegenstromwaschung mehr oder weniger verwässert wird.

Schwefelwasserstoff- Aufladung und Kohlensäuregehalt des Gases.

Bei etwa gleich großer Schwefelwasserstoffaufladung nimmt die Lauge im Feld Wäscher deutlich viel mehr Kohlensäure (20 - 30% vom H_2S) als im Desintegrator (5 - 10% vom H_2S) auf. Da im Laufe des weiteren Ausbaus der Hydrierung das Verhältnis $H_2S : CO_2$ von jetzt 2 : 1 nach 1 : 2 verschoben werden soll, wurde deshalb untersucht, in welcher Weise ein größerer Kohlensäuregehalt der Gase auf die Schwefelwasserstoffaufnahme der Laugen im Feld Wäscher einwirkt. Diese Versuche wurden ausgeführt, indem den Gasen vor Eintritt in den Wäscher bestimmte Mengen von Kohlensäure beigemischt wurden.

Die gewonnenen Ergebnisse sind in der Tabelle 3a zusammengestellt. Es zeigte sich, daß die Schwefelaufnahme der Laugen bei einem Verhältnis $H_2S : CO_2$ wie 1 : 2 nur eine kleinere Herabsetzung erfährt. Sehr viel mehr störte die Kohlensäure aber schon, als sie zum Schwefelwasserstoff im Verhältnis 1 : 3 stand; in diesem Falle wurde bei einer Aufladung von $15 H_2S/m^3$ Lauge eine befriedigende Reinigung der Gase nicht mehr erzielt.

Veränderung der Drehgeschwindigkeit.

Bei der Erhöhung der Drehgeschwindigkeit der Trichterwelle von 300 U/Minute auf 400 U/Minute war eine erkennbare Erhöhung der Gasbeladung der Lauge nicht zu verzeichnen. Der Stromverbrauch stieg dabei aber auf über den doppelten Betrag an. (siehe Tabelle 3 b).

Erfreulicherweise blieb andererseits die Leistung des Wäschers unvermindert bestehen, als die Drehzahl der Welle auf 200 U/Minute herabgesetzt wurde. Der Stromverbrauch fiel dabei auf die Hälfte, von

3 kWh bei 300 U/Minute, auf 1,5 kWh bei 200 U/Minute.

Der Stromverbrauch im Feld Wäscher beträgt somit bei der Hy- Rückgas Entschwefelung nicht mehr als 2 kWh pro 1000 m³ Gas.

Einfluß der Laugeregeneration.

Die bis dahin für die Versuche verwandten Laugen (aus der Waschturm Waschung) enthielten im regenerierten Zustande in der Hauptsache Kohlensäure und wenig Schwefelwasserstoff. Bei der Aufladung der Laugen mit vorzugsweise Schwefelwasserstoff, wie dies bei der Behandlung der Hy- Gase im Feld Wäscher der Fall ist, werden aber bei der Regeneration auch Laugen erhalten, bei denen der verbliebene Gasinhalt zum größeren Teil aus Schwefelwasserstoff besteht. Es konnten deshalb Bedenken bestehen, ob die günstigen Ergebnisse mit dem Feld Wäscher auch dann erzielt werden, wenn die Feld Wäscher- Lauge im eigenen Kreislauf geführt und regeneriert wird.

Da eine eigene Kolonne für den Feld Wäscher nicht frei gemacht werden konnte, wurden um den hier vorliegenden Sachverhalt auf zu klären noch einige Waschversuche mit regenerierten Laugen aus dem Desintegratorkreislauf ausgeführt, also mit Laugen, welche wegen der sehr kleinen Kohlensäureaufnahme im Desintegrator sicherlich einen höheren Schwefelwasserstoffspiegel haben als die Feld Wäscher Laugen.

Mit diesen Laugen wurden aber, wie Tabelle 3c zeigt, dieselben hohen Schwefelaufladungen im Feld Wäscher erzielt. Wenn sich die Reinigung der Gase dabei etwas verschlechterte, so hat man zu berücksichtigen, daß die Desintegratorlaugen nicht so scharf regeneriert waren wie die aus den großen Austreibern stammenden vorzüglich regenerierten Laugen.

Z u s a m m e n f a s s u n g .

Bei der Alkacidentschwefelung der Hy- Rückgase im Feld Wäscher gelangt man zu ebenso hohen Schwefelwasserstoffbeladungen der Laugen

wie bei der Waschung der Gase im Desintegrator.

Der Feld Wäscher hat aber vor dem Desintegrator den Vorzug, daß die hohen Schwefelwasserstoffaufladungen bei viel weitergehender Entschwefelung der Gase und mit viel niedrigerem Stromverbrauch erzielt worden.

Braus

B.

Herrn Dr. von Staden	1 Expl.
" Dr. Strombeck	1 "
" Obering. Sabel	1 "
" Dr. Bähr	1 "
" Obering. Göppinger/ Dipl. Ing. Rudloff	1 "
" Dipl. Ing. Keinke	1 "
" Dr. Sackmann/ Dipl. Ing. Moll	1 "
" Dr. Wenzel	1 "
" Dr. Mengdenl, H. H.	1 "
" Richter A. W. P.	1 "
" Dr. Braus	1 "
Akten	2 "
Reserve	2 "

Tabelle I.

Einfluss des Gasdurchsatzes auf die Auflöserzeit der Lauge 1).

(Versuche vom Oktober und November 1934).

Vers. No.	2 Versuchs- dauer Stunden	3 Gas m ³ /h	4 Lauge m ³ /h	5 l/h	6 H ₂ S in g/m ³	7 Rohgas Reiniges	8 CO ₂ in Vol.-%	9 Reiniges Rohgas	10 E ₂ S 2)	11 CO ₂ 3)	12 Verweilzeit der Gase im Waschraum
1	9	100	0,33	2,7	85,2	27,3	4,5	11,3	12,7	10,0	6,30
2	9	100	0,33	2,5	82,0	28,5	5,8	11,3	11,7	17,0	2,50
3	17	350	0,83	2,8	83,2	17,0	3,9	11,3	14,3	6,6	
4	18	350	1,00	nicht bestimmt	88,3	10,8	1,0	11,3	13,2	4,3	1,68
5	18	375	1,25	nicht bestimmt	86,5	9,1	4,4	11,3	15,4	4,6	
6	18	375	1,41	nicht bestimmt	90,0	7,2	3,4	11,3	17,0	6,6	
7	18	375	1,16	"	89,4	8,4	4,9	11,3	17,1	6,6	
8	16	500	2,00	3,2	85,1	2,8	n. best.	11,3	17,4	n. best.	1,26
9	17	500	1,52	nicht bestimmt	86,6	4,9	5,5	11,3	19,4	4,3	
10	17	500	1,36	"	86,9	3,9	2,7	11,3	20,2	5,6	
11	19	500	1,35	"	84,9	9,1	4,7	11,3	21,0	5,6	
12	19	500	1,25	"	88,4	7,1	4,6	11,3	21,7	5,6	
13	19	750	2,50	3,2	93,5	4,6	n. best.	11,3	18,6	n. best.	0,84
14	14	750	2,50	nicht bestimmt	82,1	3,6	4,9	11,3	18,6	3,2	
15	17	750	2,50	"	82,1	3,0	4,7	11,3	18,6	3,2	
16	35	750	2,00	"	79,9	7,4	4,8	11,3	18,6	3,2	
17	31	750	2,30	"	90,9	5,1	5,0	11,3	18,6	3,2	
18	4	1000	2,50	3,4	84,2	25,7	3,6	11,3	18,6	3,2	0,63
19	8	1000	3,33	3,2	83,2	19,4	4,2	11,3	18,6	3,2	

1) Mittlere Umfangsgeschwindigkeit der äußeren Schlenkertrichter: 6 m/sec.

2) in m³ H₂S pro l m³ Lauge.

3) in m³ CO₂ pro l m³ Lauge.

Tabelle II.

Verlauf der Gasanflutung der Leugen bei verschiedener Belastung des Wäschers:

Belastung in m³ Hy.-Gas / Stunde

Art der Leuge	100		250		375		500		750	
	Gesamtgas	H ₂ ++)	Gesamtgas	H ₂	Gesamtgas	H ₂	Gesamtgas	H ₂	Gesamtgas	H ₂
Frischleuge	14,6	5,0	15,2	4,0	14,0	4,0	14,0	4,0	14,4	4,5
nach Trichtergruppe 1	15,0	4,8	14,6	4,2	14,0	4,2	17,8	5,6	15,8	5,8
"	15,2	4,9	15,6	4,5	14,8	4,4	20,8	8,2	20,0	8,5
"	17,0	4,8	16,4	4,7	16,6	5,4	25,0	12,7	23,2	12,9
"	18,2	5,3	16,6	5,0	19,3	7,8	29,3	17,2	29,4	16,6
"	22,4	8,0	19,4	5,2	24,2	11,4	33,0	19,6	31,0	18,7
"	30,8	12,3	23,6	8,7	28,7	16,2	35,8	20,8	36,0	22,1
"	34,8	15,4	29,6	15,6	32,2	19,6	36,0	22,7	36,6	24,3
Feld-Wäscher, Ausgang	34,8	17,4	32,2	17,5	34,0	20,1	36,0	23,2	38,0	24,8
Gesamt H ₂ -Anflutung:	12,4	13,5	13,5	16,1	18,5	20,3	18,5	20,3	20,3	20,3
Gesamt CO ₂ -Anflutung: +++)	7,8	5,5	5,5	4,0	4,5	4,1	4,5	4,1	4,1	4,1

+) in Vol. Gas pro 1 Vol. Leuge

++) " " H₂ " " " "

+++) " " CO₂ " " " "

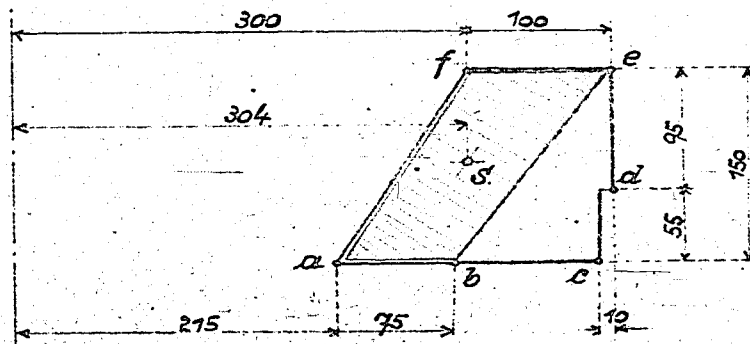
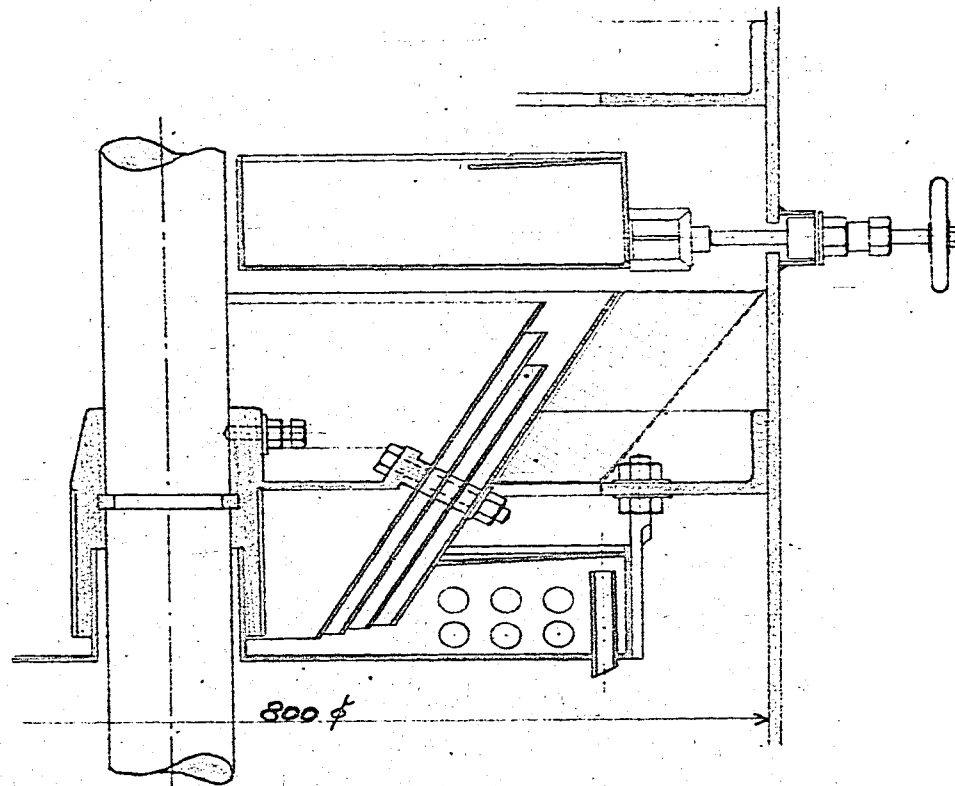
Tabelle III.

Einfluß verschiedener Faktoren auf die Laugeaufladung.

Vers. No.	1	2	3	4	5	6	7	8	9	10	11	12
		Versuchs- dauer Stunden	Gas m ³ /h	Lauge m ³ /h	Strom- verbrauch kwh.	H ₂ S in g/m ³	CO ₂ in Vol.-%	CO ₂ in Vol.-%	Reingas	H ₂ S	CO ₂	Mittlere Umfangs- geschwindigkeit der Trichter.
						Robgas	Reingas	Robgas	Reingas	H ₂ S	CO ₂	
						a) Höherer Kohlensäuregehalt der Gase.						
21	10	750	2,5	3,2	82,7	3,6	4,9	3,8	16,6	3,3	8 m/sec.	
22	10	750	2,5	3,2	78,7	5,5	10,5	8,5	15,3	6,0	"	
23	14	750	2,5	3,2	74,8	13,7	14,9	12,4	12,8	7,5	"	
						b) Veränderung der Drehgeschwindigkeit der Welle.						
10	16	500	1,52	3,0	88,6	4,9	5,5	4,2	19,4	4,3	8 m/sec.	
24	4	500	1,35	6,5	84,4	3,2	5,2	3,7	21,0	5,6	11 m/sec.	
25	9	500	1,55	1,5	88,1	7,1	4,6	3,7	21,2	3,3	5,5 m/sec.	
26	5	500	1,40	1,5	84,0	6,4	5,0	3,9	19,4	3,9	5,5 m/sec.	
27	11	750	2,44	1,6	89,7	5,1	4,7	4,0	18,2	2,1	5,5 m/sec.	
						c) Änderung der Lauge.						
27	11	750	2,44	1,6	89,7	5,1	4,7	4,0	18,2	2,1	5,5 m/sec.	
						Lauge mit 14 Gesamtgas und 4 H ₂ S (System I):						
28	7	750	2,64	1,4	88,0	7,2	4,6	3,8	16,2	2,3	5,5 m/sec.	
						Lauge mit 16 Gesamtgas und 9 H ₂ S (Desintegrator Kreislauf):						
29	12	750	2,35	1,5	87,1	9,7	5,1	4,1	17,3	3,2	5,5 m/sec.	
30	15	750	2,20	1,5	81,4	9,1	5,3	4,3	17,2	3,4	5,5 m/sec.	

Figur 2.

Maßstab: 1:5



Besprühter Raum: $a-c-d-e-f = J_s = 0,0425 \text{ m}^3 = 42,5 \text{ l.}$

Waschraum: $a-b-e-f = J_w = 0,025 \text{ m}^3 = 25 \text{ l.}$

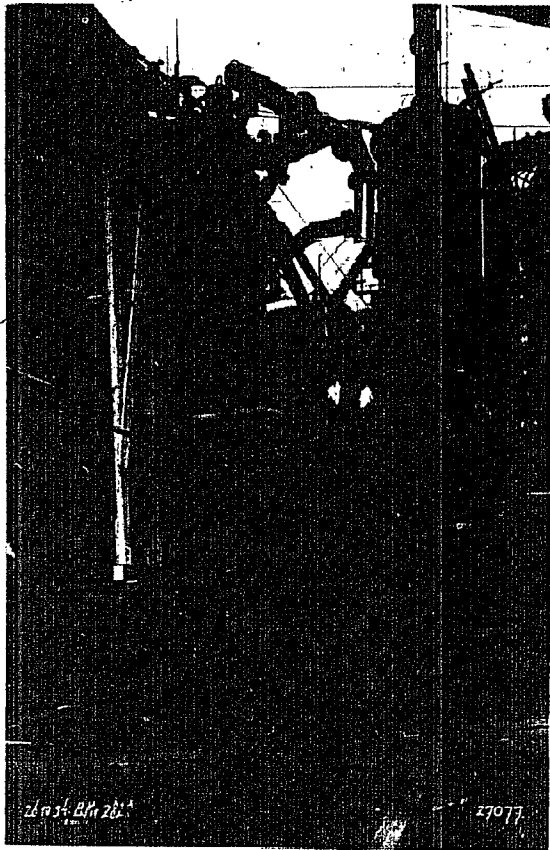


Bild 1.
Feld Wäscher.
(Antriebsseite).

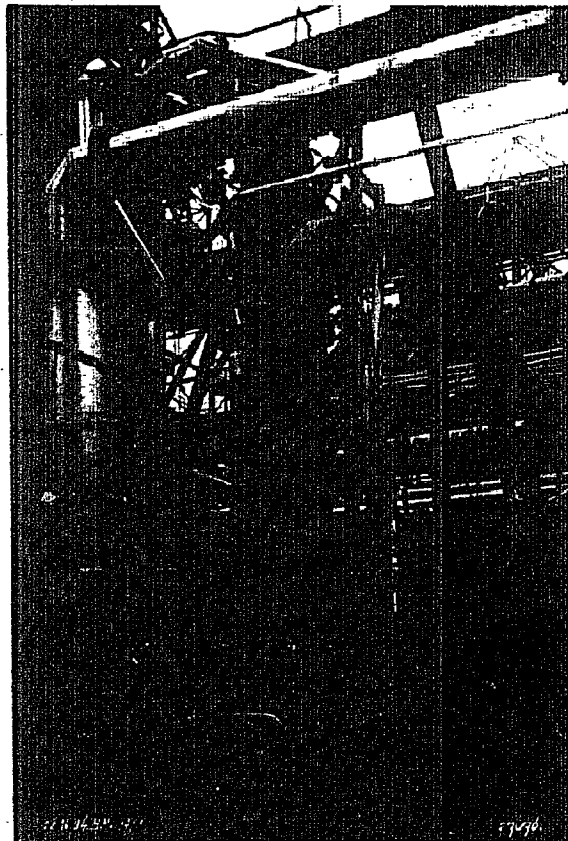


Bild 2.
Feld Wäscher
(mit Vorlage).

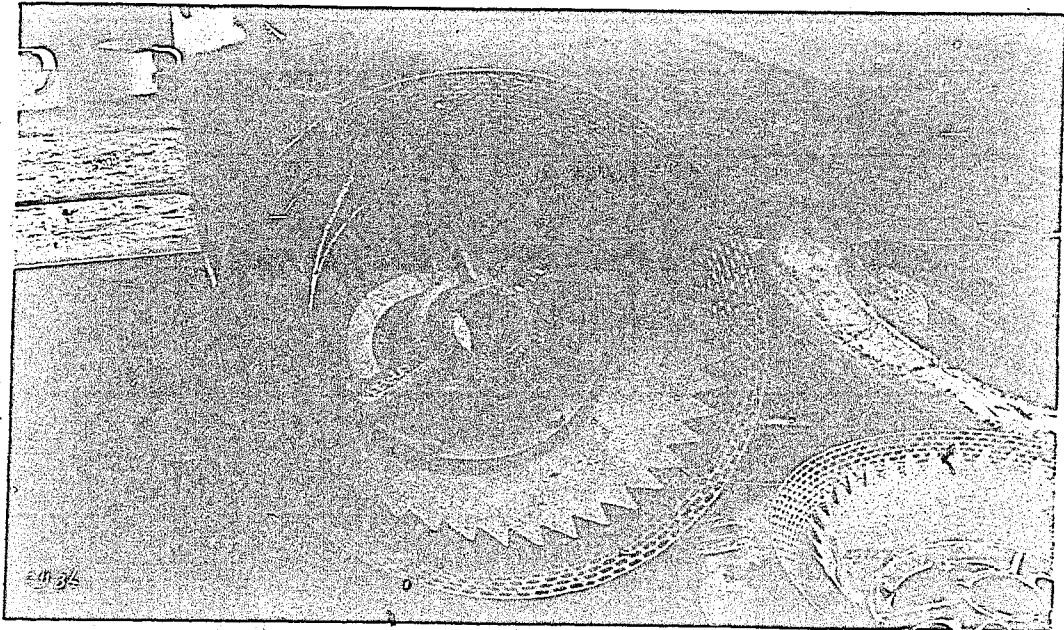


Bild 3.
Trichtergruppe .
rechts. Lenkblech

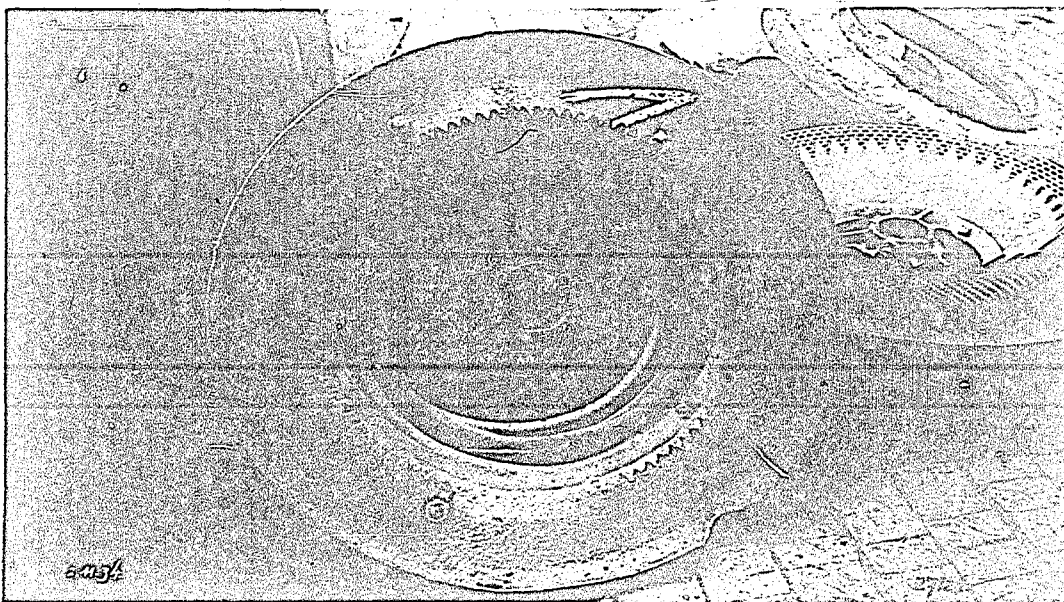


Bild 4.
Trichtertasse mit Heizschlange.
rechts: Trichtergruppe mit Tasse
darüber: Lenkblech.