

TITLE PAGE

22. Über die Einfluss der Strömungs-
geschwindigkeit und die Verwendung
von Gaszusatz bei der Druck-
destillation.

On the influence of speed of
flow and the use of gas
addition in pressure
distillation.

Frame Nos. 89 - 93

Über den Einfluß der Strömungsgeschwindigkeit und die Verwendung von Gassatz bei der Druckdestillation.

Zusammenfassung:

Bei der Druckdestillation von Braunkohlenschwelteer wurden Versuche unter Zusatz von Gas in die Druckerhitzungszone angestellt. Es zeigte sich, daß durch die dabei eintretende Durchwirbelung des Öls die Koksansätze in den Rohren stark vermindert werden können. Es kann daraus geschlossen werden, daß bei den höheren Strömungsgeschwindigkeiten der Großtechnik die Verkokungen wesentlich kleiner sein werden als bei den Kleinversuchen, welche mit sehr kleinen Strömungsgeschwindigkeiten arbeiten. Bei Zugabe von Wasserstoff wurde praktisch keine Verkokung mehr festgestellt.

Erfahrungsgemäß neigen Produkte mit höherem Asphaltgehalt bei der Druckdestillation zu Asphaltablagerungen an den Rohrwänden. Dieser Umstand führt schließlich zu Verkokungserscheinungen.

Die Asphaltablagerungen werden durch geringe Strömungsgeschwindigkeiten begünstigt. Die Strömungsgeschwindigkeit ist bei den Kleinversuchen (500 cm³ Reaktionsraum, 10 mm-Schlangen) mit 2-5 cm/Sek. sehr klein. Eine Vergrößerung der Strömungsgeschwindigkeit stößt bei den Kleinversuchen auf Schwierigkeiten, da sich

- 1) engere Schlangen nicht bewährt haben,
- 2) eine gewisse Verweilzeit bei Reaktionstemperatur eingehalten werden muß.

Es wurde deshalb versucht, durch Gaszugabe eine Durchwirbelung der strömenden Flüssigkeit zu erreichen. Die dabei beobachteten Erscheinungen sollten dazu dienen, für die Verhältnisse bei höheren Ölgeschwindigkeiten, wie sie bei der Übertragung der Druckdestillation in die Großtechnik vorhanden sein werden, Anhaltspunkte zu gewinnen. Zudem war zu klären, ob durch Zugabe von Wasserstoff bzw. wasserstoffhaltigen Gasen Verkokungen verhindert werden könnten.

Die Versuche wurden mit Braunkohlenschwelteer (Deubener Teer) durchgeführt.

Das Zusatzgas wurde vor der Vorheizung dem Teer zugegeben und diente hinter der Entspannung gleichzeitig als Destillationspülgas.

In Tabelle I sind 3 Versuche aufgeführt:

- Versuch 1: ohne Gaszusatz
- Versuch 2: Unter Zusatz von Inertgas (Stickstoff)
- Versuch 3: Unter Zusatz von Nullgas.

Die dabei angegebenen Strömungsgeschwindigkeiten sind so errechnet, wie wenn eine homogene Öl-Gasströmung vorhanden wäre. Dies trifft in der Wirklichkeit nicht zu, tatsächlich eilt das Gas dem Öl voraus. Die weiter unten angeführten Qualitäten der Druckdestillate lassen den Schluß zu, daß ^{sich} die Verweilzeit des Öls in der Reaktionszone nur unwesentlich verkleinert hat.

Tabelle I

Abhängigkeit des Koksansatzes von Strömungsgeschwindigkeit und Art des Zusatzgases.						
Vers.Nr.	Zusatz Art	Gasströmung		Koksansatz nach 100 Betriebsstunden		
		Menge m ³ /kg Teer	geschwindigkeit cm/sec	% des Vorheizervolumens	% des Schlangenofenvolumens	% des Teers
1	ohne	-	3,5	ca 60	ca 60	ca 0,16
2	N ₂	0,25	63	27,6	19,6	0,048
3	H ₂	0,14	42	2,0	1,3	0,0055

Man erkennt deutlich bei Vergleich von Versuch 2 mit Versuch 1 den Effekt der Durchwirbelung infolge Zugabe von Inertgas. Die Verkokung ist auf etwa $\frac{1}{3}$ zurückgegangen.

Versuch 3 zeigt im Vergleich zu den Versuchen 1 und 2 einen starken Effekt des Wasserstoffes, der polymerisationsverhindernd wirkt. Die Verkokung der Rohre ist praktisch verschwunden. Die verwendete Wasserstoffmenge beträgt nur etwa $\frac{1}{18}$ der bei der Sumphasehydrierung des Teeres zur Anwendung gelangenen Menge.

Aus der nachstehenden Wasserstoffbilanz ergibt sich größenordnungsmäßig der Wasserstoffverbrauch, der bei der Druckdestillation von Braunkohlenteer unter Zusatz von Wasserstoff bei 15 atm Druck eintritt¹⁾

Tabelle II: Wasserstoffbilanz.

	Produkt	H ₂ -Gehalt %	H ₂ -Menge g
Ein	1000 g Teer	10,91	109,1
Aus	927 g Destillat	11,05	102,3
	70 g Abschlamöl	9,30	6,5
	3 g KW Vergasung	ca 22	ca 0,7
	Summe		109,5
Aus-Ein	Differenz		0,4

Der chemische Wasserstoffverbrauch liegt demnach größenordnungsmäßig unter 0,1%, bezogen auf Frischteer.

In Tabelle III (Anlage) sind Versuchsbedingungen, Ausbeuten und Eigenschaften der erhaltenen Produkte der geschilderten 3 Versuch aufgeführt. Zu den Eigenschaften der bei den 3 Versuchen erhaltenen Druckdestillate ist zu bemerken, daß bei den Versuchen unter Gaszusatz (2 und 3) durch ungenügende Kühlung offenbar Verluste an Anteilen un-

¹⁾ KW-Vergasung/Frischteer = ca 0,3%

ter 200° eingetreten sind (etwa 2%). Bei Versuch 2 scheint außerdem infolge der hohen Spülgasmengen ($N_2 + H_2O$ Dampf) etwas Asphalt übergerissen worden zu sein. Der Durchsatz bei den Versuchen (2 und 3) war außerdem um etwa 25% höher als bei Versuch 1. Wenn weiter berücksichtigt wird, daß bei den Versuchen 2 und 3 auf etwas weniger Rückstand gefahren wurde, als bei Versuch 1, kann gesagt werden, daß die Qualität der bei den 3 verschiedenen Versuchen erhaltenen Destillate nicht sehr stark verschieden ist. Doch scheint sich der Wasserstoffzusatz auch bezüglich der Destillatqualität günstig auszuwirken.

gez. Rank.

Anlage.

Versuchs-Nr.	1	2	3
Versuchsperiode Datum 1940 Schicht	26.4.-3.5.40 28./29.40 c/ab	26.8.-4.9.40 2.9.40 ab	6.2.-15.2.41 12.2.41 abc
Frischteer Durchs./ Schl. of. Vol.	7,8	9,6	9,6
Frischteer: Abschl. Rückführung	1:0,5	1:0,5	1:0,3
% H ₂ O-Dampf (auf Frisch öl) unter Entspannung	10	5	-
% Kontakt	1% Genera- torstaub Me	1% Genera- torstaub Me	1% Genera- torstaub Me
Druck atm	15	15	15
Ofentemperatur °C Gas (durch Vorhei- zer u. Ofen)	442	442	442
	-	0,25 m ³ N ₂ /kg Frisch- öl	0,14 m ³ H ₂ / kg Frischöl
auf Frischteer			
% Destillat	90,9	90,4	93,1
% Abschläm	9,1	6,7	5,8
% Gas+Verlust	1,0	3,9	2,1
	<u>Frischteer</u>	<u>Frischteer</u>	<u>Frischteer</u>
<u>Druckdestillat</u>			
% H ₂ O	0,3	1,7	0,2
Festes	0,08	0,06	0,06
Asche i. G.	0,02	0,004	0,02
s-Asphalt	1,0	0,2	1,2
spez. Gew.	0,918/50°	0,950/20°	0,920/50°
Siedekurve:			
Beginn °C	203	85	208
-200° C	-	2,4	-
-325° C	25,7	35,9	30,7
-350° C	37,6	47,9	47,2
Vac. RÜ > 325° C	7,3	4,1	14,0
			0,908/50°
			0,920/50°
			0,910/50°
<u>Abschläm:</u>			
Festes	6,1		13,2
Asche i. F.	33,6		27,3
v. Öl: s-Asphalt	13,7		22,8
spez. Gew.	1,006/50°		0,980/100°
Siedekurve: Beginn			
-325° C	1,5		2,8
-350° C	9,0		7,2
Vac. RÜ > 325° C			70,8
Erweichungspunkt (Kräsar)	43,5		44,8
			+53°