

**TITLE PAGE**

**24. Das Druckdestillationsverfahren  
The process of pressure  
distillation.**

**Frame Nos. 96 - 103**

8. März 1941 Rk/Pf.

Das Druckdestillationsverfahren.

Das Verfahren besteht aus einer Druckerhitzungsbehandlung von Teeren und Ölen in flüssiger Phase unter Zugabe von feinverteiltem Katalysator und einer anschließenden Destillation unter Normaldruck unter Zusatz von Spülgas. In der Destillation werden die Asphalte und festen Anteile in Form von Pech abgetrennt.

I. Chemischer Effekt der Druckdestillation.

Bei der Druckdestillation treten infolge der Druckerhitzung der Produkte folgende chemischen Effekte auf 1):

A) Hartasphalte.

Die absolute Menge der Hartasphalte bleibt unverändert bzw. kann bei schärferen Bedingungen unter Weiterpolymerisation niedrigerer Asphalte zunehmen.

B) Propanasphalt.

Die Menge der Propanasphalte wird vermindert 2). Die im Druckdestillat noch vorhandenen Propanasphalte haben einen niedrigeren Schmelzpunkt als der Propanasphalt des eingesetzten Rohproduktes, sind also mehr harz- als asphaltähnlich.

C) Vakuumrückstand.

Die absolute Menge des Vakuumrückstandes > 325° wird vermindert.

#### D) Schmierölfractionen.

Die höchst siedenden Ölfractionen werden in ihrer Viskosität gebrochen. Die Ausbeute an hochviskosen Schmierölen sinkt infolgedessen durch die Druckdestillationsbehandlung 2)3)

#### E) Siedekurve 1)4).

Abgesehen von den bereits angeführten Veränderungen unterscheidet sich die Siedekurve des Druckdestillates von der des Ausgangsproduktes durch Zunahme der Anteile zwischen 350° bei 760 mm und 325° im Vakuum. Die Anteile zwischen 325° und 350° (760 mm) werden kaum vermehrt. Hingegen tritt eine Vermehrung der Mittelöl-Anteile bis 325° (760 mm) ein. Die Benzinbildung bleibt auf etwa 1 % beschränkt.

#### F) Gasbildung.

Die Vergasung bleibt unter 1 %. Das Gas enthält etwas Wasserstoff.

#### G) Veränderung der Elementarzusammensetzung.

Die Unterschiede zwischen der Elementarzusammensetzung des Ausgangsproduktes und des Druckdestillates hängen sowohl von der Schärfe der Bedingungen als auch von der Menge des abgeschiedenen wasserstoffarmen Rückstandes ab. Es kann sowohl eine Steigerung des Wasserstoffgehaltes wie auch eine Verminderung desselben im Druckdestillat gegenüber dem Ausgangsöl eintreten.

## II. Arbeitsbedingungen.

- A) Temperatur: Je nach der Art des zu verarbeitenden Produktes gelangen Temperaturen zwischen 420 - 460° zur Anwendung. Die Verweilzeit bei diesen Temperaturen beträgt 1,5 - 2 Minuten.
- B) Druck: Die verwendeten Drucke liegen zwischen 10 und 30 Atmosphären.
- C) Durchsätze: Je nach Art des zu verarbeitenden Produktes betragen die Durchsätze bezogen auf das Volumen des Schlangensofens 4,0 - 10,0 kg pro Stunde und Liter.
- D) Katalysator 1)5): Der Katalysator wirkt als Adsorbens für die zur Verkokung neigenden höchsten Asphalte. Bei Verwendung größerer Kontaktmengen als 1 % wurde auch katalytische Wirkung im engeren Sinne beobachtet, welche Senkung der Temperatur und Verminderung der Verweilzeit erlaubte. Der hauptsächlich verwendete Katalysator ist Braunkohlengeneratorstaub. Höherer Asphaltgehalt des Öles erfordert größere Katalysatormengen.
- E) Spülgas: Zur Anwendung können Wasserdampf, Stickstoff, Wasserstoff oder sonstige technische Gase gelangen, welche keinen freien Sauerstoff enthalten. Die Menge ist abhängig von dem Gehalt an Hochsiedenden im zu verarbeitenden Produkt. Das Spülgas wird nach der Entspannung vor dem Eintritt in die Destillationskolonne bzw. im Sumpf der Destillationskolonne zugegeben. Bei Ölen mit höheren Asphaltgehalten ist es zweckmässig, Wasserstoff oder ähnlich wirkende Gase bereits in der Vorheizung zuzugeben, um Koksabscheidungen zu verhindern.
- F) Strömungsgeschwindigkeit: Es ist zur Vermeidung von Koksabscheidungen günstig, möglichst hohe Strömungsgeschwindigkeiten anzuwenden (1-2 m).
- G) Destillationskolonne: Die Erfahrung zeigte, daß Verkokungen in der Kolonne nicht eintreten, wenn Rückführung von Druckdestillationsrückstand erfolgt, auch muß neuerliche Aufheizung in der Kolonne veranlassen werden.

H) Vorbereitung des Einspritzproduktes: Es werden zweckmäßig vom Benzin befreite Öle verwendet.

### III. Ausbeuten.

Die Menge des Druckdestillationsrückstandes hängt ab vom Asphaltgehalt des verarbeiteten Produktes. Bei asphaltarmen Ölen kann auf geringere Rückstandsmengen gearbeitet werden als bei asphaltreichen. Die Asphaltanreicherung im Rückstand verursacht hohe Schmelzpunkte und damit Schwierigkeiten im Ausbringen.

### IV. Charakterisierung des Verfahrens.

Das Verfahren kann als milde Krackung und Viskositätsbrechung aufgefaßt werden, bei der gleichzeitig eine Entölung und Abtrennung der Asphalte erfolgt. Zum Unterschied zur normalen Destillation und insbesondere zur Vakuumdestillation, welche das Produkt möglichst schonen, wird bewußt eine chemische Veränderung durch Erhitzung unter Druck herbeigeführt. Weitgehende Ähnlichkeit besteht mit den bekannten thermischen Krackverfahren, insbesondere mit der Viskositätsbrechung des Houdry-Verfahrens. Andererseits liegt auch ein Vergleich mit der Sumpffasehydrierung von Teeren<sup>6)</sup> und Ölen nahe, wo in der Vorheizung eine Druckerhitzung in Gegenwart von Wasserstoff stattfindet.

### V. Beispiele für Druckdestillation.

Als charakteristische Beispiele werden die Druckdestillation von mitteldeutschen Braunkohlenteer und von Zistersdorfer-Erdöl aufgeführt.



B) Druckdestillation von Zisterdorfer Erdöl 8)

( 500 cm<sup>3</sup> Apparatur )

Ansbente:

Aus 100 kg Rohöl werden erhalten:

95,3 kg Benzol + Druckdestillat

3,5 kg Rückstand

2,7 kg Verlust

Produkteigenschaften

	Rohöl	Druckdestillat + Benzol	Rückstand
% Essigsäure	0,02	0,02	10,6
% Asche i.G.	0,016	Spur	2,0
spez. Gew.	0,902/20°	0,888/20°	
Siedekurve % -200°	3,4	5,1	
% -325°	27,7	36,8	
% -350°	37,4	46,6	
% Vak. Rückst. > 325°	26,6	18,4	96,0 (v. Öl)
% n-Asphalt v. Öl	0,5	0,2	18,4 (v. Öl)
% Propanasphalt	6,8	1,8	
% Paraffin (Schmelzpkt)	4,2 (+54,5°)	4,6 (+48°)	
Erweichungspunkt			40,3
Elementaranalyse			
% C	84,83	86,77	
% H	12,66	12,43	
% O	1,80	0,64	
% N	0,08	0,05	
% S	0,17	0,20	

Veränderung der Absolutmenge Vakuumrückstand > 325° : 42 %  
 " " " Propanasphalt : 31 %

**VI. Hydrierung von Druckdestillaten**  
**über festangeordneten Katalysator.** 9)

Druckdestillat aus Braunkohlenschwefeltee konnte mit dem 3-fachen Durchsatz im Vergleich zu Originaltee über TTH verarbeitet werden.

Zum Unterschied von Rohölen lassen sich Druckdestillate infolge ihrer Reinheit bezüglich Asche und Asphaltgehalt über festen Katalysator hydrieren.

gez. Rank



- 1) Nr. 17 133 I v. 2.V.II.40 Über die chemische Wirkung und den Einfluß von Katalysatoren bei der Druckdestillation (Rank)
- 2) Nr. 17 081 I v. 24.VIII.40 Über das Verhalten der Schmierölfractionen von Reitbrooköl bei der Druckerhitzung (Rank)  
Nr. 17 100 I v. 27.VIII.40 Druckbehandlung von Pechelbronner Öl (Fehrenbach)
- 3) v. 27.VI.39 Untersuchung von Reitbrookrohöl bzw. Druckdestillat aus Reitbrookrohöl auf Heizöleigenschaften (Rank)
- 4) Nr. 17 734 I v. 2.XI.40 Druckdestillation von Pechelbronneröl Verschiebung der Siedekurve und Veränderung der einzelnen Ölfraktionen (Rank)
- 5) Nr. 16 847 I v. 24.VI.40 Einfluß des Kontaktsusatzes bei der Druckdestillation (Rank)  
Nr. 17 280 I v. 10.IX.40 Druckdestillation und Druckerhitzung (Rank)  
Nr. 17 487 I v. 19. I.40 Druckdestillation. Kurzer Überblick über den Stand der Versuche (Rank)
- 6) Nr. 15 805 I v. 18. I.40 Vergleichende Betrachtung der Sumpffphasehydrierung und Druckdestillation. (Rank, Krönig)
- 7) Nr. 15 737 I v. 16.I.40 Halbtechnische Druckdestillation von mitteldeutschem Braunkohlenschwelter (Rank)
- 8) Nr. 15 782 I v. 6.I.40 Druckdestillation von Zistersdorfer Erdöl (Rank, Löcker)
- 9) Nr. 15 837 I v. 1.XII.40 Stand der Versuche über Druckdestillation usw. (Krönig).