

19



Europäisches Patentamt
European Patent Office
Office européen des brevets

11

Veröffentlichungsnummer:

0 063 682
A2

12

EUROPÄISCHE PATENTANMELDUNG

21

Anmeldenummer: **82101657.3**

61

Int. Cl.³: **C 01 B 3/32, C 10 J 3/46,**
C 10 J 3/84

22

Anmeldetag: **04.03.82**

30

Priorität: **27.04.81 DE 3116678**

71

Anmelder: **CHEMISCHE WERKE HÜLS AG, - RSP**
Patente / PB 15 - Postfach 13 20, D-4370 Marl 1 (DE)

43

Veröffentlichungstag der Anmeldung: **03.11.82**
Patentblatt 82/44

72

Erfinder: **Czytko, Michael, Dr., Hustadtring 25,**
D-4630 Bochum (DE)
Erfinder: **Gaupp, Karl, Dr., Kampstrasse 100, D-4370 Marl**
(DE)
Erfinder: **Müller, Richard, Dr., Im Singelsen 24,**
D-4370 Marl (DE)

84

Benannte Vertragsstaaten: **AT BE DE FR GB IT NL SE**

54

Verfahren zur Herstellung von Synthesegas durch partielle Oxidation schlackereicher Einsatzstoffe.

57

Bei der Herstellung von Synthesegas durch partielle Oxidation schlackereicher Brennstoffe ist es notwendig, die Schlacke aus dem Rohgas zu entfernen, um Verstopfungen in der Gaserzeugungsanlage zu vermeiden; gleichzeitig ist es wünschenswert, den mit der Schlacke agglomerierten Ruß in den Synthesegasreaktor zurückzuführen. Die Ruß-Schlacke-Agglomerate werden mittels Wasser aus dem Gas ausgewaschen. Die Suspension der Agglomerate wird erfindungsgemäß in einem scherkrafterzeugenden Dispergiergerät behandelt und anschließend mittels eines organischen Lösungsmittels getrennt. Dabei nimmt das organische Lösungsmittel den schlackearmen Ruß auf, der in den Synthesegasreaktor zurückgeführt wird. Rußfreie Schlacke wird über die wäßrige Phase ausgeschleust und der weiteren Verwendung zugeführt.

EP 0 063 682 A2

Verfahren zur Herstellung von Synthesegas durch
partielle Oxidation schlackereicher Einsatzstoffe

Die Erfindung betrifft ein Verfahren zur Herstellung von Synthese- oder Brenngasen durch partielle Oxidation schlackereicher Einsatzstoffe.

5 Bei der Herstellung von Synthesegas aus höhersiedenden Fraktionen oder Rückständen der Erdölraffinerien kann es zu Verstopfungen in der Gaserzeugungsanlage durch abgelagerte Schlacke kommen. Die Erfindung bezweckt, durch geeignete Maßnahmen solche Verstopfungen zu vermeiden.

10

Bekanntlich lassen sich Synthese- oder Brenngase durch partielle Oxidation kohlenstoffhaltiger Brennstoffe mittels Sauerstoff und Wasserdampf, etwa nach der DE-PS 977 548, herstellen.

15

Als Brennstoff kann Erdgas, Benzin, schweres Heizöl, Vakuumrückstand oder Kohle eingesetzt werden, etwa wie es in der DE-PS 2 044 310 beschrieben ist. Als Ausgangsmaterial kommen auch sauerstoffhaltige organische Verbindungen in Frage, entsprechend DE-PSS1917 314 oder 1 767 261, wie beispielsweise Rückstände der Oxo-Synthese. Da die Verfügbarkeit der niedrigsiedenden Kohlenwasserstoff-Fraktionen abnimmt, geht man zunehmend von höhersiedenden Fraktionen und Rückständen als Einsatzmaterial aus.

25

Das rohe Synthesegas, das mit 1 200 bis 1 600 °C die Reaktionszone verläßt, wird entweder durch direkten Kontakt mit Wasser oder, unter Dampferzeugung, in einem Abhitzeessel auf etwa 300 °C abgekühlt.

30

Beim Einsatz besonders der höhersiedenden Erdölfraktionen und Rückstände wird nun wider Erwarten beobachtet, daß sich die Schlacke nicht annähernd vollständig im Schlacke-

fänger am Unterteil des Reaktors ansammelt, sondern in den Gasrohren der Abhitzeessel Ablagerungen bildet, die einmal den Wärmeübergang verschlechtern und zum anderen einen solchen Druckabfall bewirken, daß der Gasdurchsatz nicht mehr aufrechterhalten werden kann. Es wurde festgestellt, daß sich diese Ablagerungen nur am Ende des Gasweges durch den Abhitzeessel ausbilden in einem Bereich, in dem das Gas schon unter etwa 450 °C abgekühlt ist, während sich im heißeren Bereich keine nennenswerten Ablagerungen finden.

Die Entfernung solcher fest haftender Ablagerungen aus den Rohren eines üblichen Abhitzeessels ist schwierig und mit einem längeren Produktionsausfall verbunden, besonders wenn die Rohre, wie vielfach der Fall, in Windungen angeordnet sind.

Ein naheliegender Weg, die Störungen durch Schlackeablagerungen zu vermeiden, besteht darin, den Abhitzeessel so auszulegen und zu betreiben, daß das austretende Synthesegas nicht kälter als etwa 450 bis 500 °C ist. In der folgenden Stufe kann man das noch relativ heiße Synthesegas entweder durch direkten Kontakt mit Wasser, oder indirekt in einem weiteren Wärmeaustauscher weiter abkühlen bis zur gewünschten Temperatur; in diesem zweiten Wärmeaustauscher lassen sich die Ablagerungen nicht vermeiden, dieser Wärmeaustauscher ist so auszulegen, daß die Ablagerungen leicht entfernt werden können.

Nachteilig an dieser Methode ist, daß die Gaserzeugungsanlage zwecks Reinigung der zweiten Abkühlungsstufe zumindest kurzzeitig außer Betrieb genommen werden muß.

Die Ursache für die Ablagerungen in den Gaskühlern ist zu suchen in schlackebildenden Bestandteilen, die als metallorganische Verbindungen ursprünglich im Erdöl enthalten sind und sich in den höhersiedenden Fraktionen und den

Rückständen aufkonzentrieren. Hauptkomponenten sind Vanadium, Eisen und Nickel, die im Synthesegasreaktor in Oxide, Sulfide oder freie Metalle übergehen. Nebenbestandteile wie Alkalien und Erdalkalien sind nicht
5 weiter störend.

Wider Erwarten wurde beobachtet, daß die genannten Ablagerungen in den Gaskühlern nur bei höheren Konzentrationen an Schwermetallen im Einsatzmaterial auftreten
10 und bei geringeren Konzentrationen auch im Dauerbetrieb über mehrere Jahre ausblieben.

Wesentlich für die Konzentration an Schwermetallen im Einsatzmaterial für den Synthesegasreaktor ist deren
15 Anreicherung durch die im folgenden beschriebene Weiterverarbeitung des rohen Synthesegases. Diese Weiterverarbeitung geschieht vorteilhaft nach DE-PSS 1 216 259 und 2 346 742:

20 Das rohe, den Reaktor und Abhitzekeessel oder Wärmetauscher verlassende Gas enthält nach DE-PSS 1 229 717 oder 1 170 379 einen Anteil an nicht umgesetztem Kohlenstoff in Form von Ruß. Die aus den Schwermetallen des Einsatzmaterials entstandene Schlacke ist zusammen mit dem Ruß
25 agglomeriert. Durch die nachfolgende Wasserwäsche werden die Ruß-Schlacke-Agglomerate aus dem Gas entfernt. Aus der dabei erhaltenen wäßrigen Suspension wird das Ruß-Schlacke-Gemisch mit einem mit Wasser nicht mischbaren organischen Lösungsmittel, wie etwa leichtem Kohlenwasserstoff (z. B. Benzin) extrahiert. Das Benzin wird dann,
30 nach vorheriger Vermischung der erhaltenen Suspension mit den für die Gaserzeugung verwendeten Erdölfractionen durch Destillation für erneute Rußextraktion zurückgewonnen, während das im Sumpf der Destillation anfallende Gemisch
35 aus Ruß-Schlacke und Erdölfraction weiter zur Gaserzeugung eingesetzt wird.

Das vom Ruß-Schlamm-Gemisch befreite Wasser wird erneut zum Auswaschen des Ruß-Schlacke-Gemisches aus dem Rohgas eingesetzt.

5 Die im Reaktor aus den Nebenbestandteilen des Einsatzmaterials entstandenen Leichtmetallverbindungen sind praktisch vollständig im Wasser gelöst, die Schwermetallverbindungen dagegen nur sehr wenig. Üblicherweise wird ein Anteil von 5 bis 30 % dieses Wassers ins Abwasser
10 abgeleitet und durch frisches Wasser ersetzt, bevor es erneut zur Rußwäsche eingesetzt wird. So soll die Konzentration an Metallverbindungen im gesamten System niedrig gehalten werden.

15 Wegen der geringen Löslichkeit wird jedoch der weit überwiegende Anteil der Schwermetallverbindungen als Agglomerat mit dem Ruß über den oben beschriebenen Weg schließlich in den Reaktor zurückgeführt. Die Konzentration der Komponenten V, Fe und Ni im Einsatzmaterial steigt dadurch
20 um den Faktor 10 bis 20 gegenüber dem frischen Einsatzmaterial an.

Bei Verwendung von schlackearmem Einsatzmaterial stellt sich durch diese Aufkonzentrierung ein Schlackegehalt im
25 Gas von beispielsweise $0,6 \text{ g/m}^3$ (im Normalzustand) ein.

Ist nun die Konzentration der Schwermetalle schon im frischen Einsatzmaterial hoch, wie bei den höhersiedenden Erdölfraktionen und Rückständen der Fall, und wird sie
30 durch die oben beschriebene Art der Rußrückführung noch verstärkt, so werden solche Konzentrationen erreicht, die zu den oben beschriebenen Ablagerungen in den Gaskühlern führen.

35 Der Schlackegehalt im Gas beträgt in diesem Fall beispielsweise $1,6 \text{ g/m}^3$ (im Normalzustand).

Aufgabe der vorliegenden Erfindung ist es, durch geeignete Maßnahmen die Schlackekonzentration auch bei Verwendung von schlackereichem Einsatzmaterial und bei Rückführung des Rußes so niedrig zu halten, daß keine störenden Ablagerungen in den Gaskühlern auftreten.

Die Aufgabe wird erfindungsgemäß dadurch gelöst, daß man die Suspension von Ruß-Schlacke-Agglomeraten in einem scherkrafterzeugenden Dispergiergerät behandelt, aus der wäßrigen Phase einen Teil der rußfreien Schlacke kontinuierlich ausschleust und aus der Phase des organischen Lösungsmittels schlackearmen Ruß in den Synthesegasreaktor zurückführt.

Für diese Behandlung sind mehrere parallel geschaltete einzeln absperrbare lange dünne Rohre ("Harfe") geeignet, durch die die Suspension mit hoher Geschwindigkeit strömt. Diese Rohre sind wartungsarm, einfach gebaut und einfach zu betreiben, jedoch ist ein gewisser Druckabfall in Kauf zu nehmen.

Andererseits sind für die Behandlung der Suspension handelsübliche Hochleistungsdispergiergeräte wirksamer, bei denen die Scherkräfte entweder mechanisch oder durch Ultraschall erzeugt werden. Als mechanisch wirkendes Aggregat ist beispielsweise ein Rührer oder eine Kreiselpumpe geeignet.

Deutlich besser in der Wirkung sind Vorrichtungen, bei denen zwischen konzentrischen Zahnkränzen weitere Zahnkränze mit hoher Geschwindigkeit umlaufen. Für die Behandlung im Ultraschallfeld sind alle handelsüblichen Geräte mit einer hinreichenden Leistung geeignet.

Die oben beschriebenen Geräte können entweder für sich allein oder in Kombination verschiedener Geräte hintereinander geschaltet eingesetzt werden.

Durch die Behandlung der Suspension in einem scherkraft-
erzeugenden Dispergiergerät werden die Ruß-Schlacke-
Agglomerate zerstört, so daß einerseits der Ruß mit einem
nur noch geringen Schlackegehalt nach der üblichen Zugabe
5 von Benzin in die Benzinphase übergeht, während die
Schlacke nahezu rußfrei überwiegend in der wäßrigen Phase
verbleibt.

10 Damit ist die weitgehende Trennung von Ruß und Schlacke
erreicht, und die bisher zwangsläufige Rückwanderung der
Schlacke bei Rückführung des Rußes in den Reaktor und
die dadurch bedingte Anreicherung der Schlacke im Synthesegas
wird verhindert.

15 Infolgedessen treten in den Gaskühlern keine störenden
Ablagerungen mehr auf.

Die Behandlung der Ruß-Schlacke-Suspension in einem scherkraft-
erzeugenden Dispergiergerät kann vor oder während der
20 Behandlung mit Benzin erfolgen. Die rußhaltige Benzinphase
und die schlackehaltige wäßrige Phase werden in bekannter
Weise in dem nachgeschalteten Absitzbehälter voneinander
getrennt. Die Benzinphase wird in bekannter Weise ver-
arbeitet. Aus der wäßrigen Phase wird in bekannter Weise
25 ein Anteil von 5 bis 30 % entnommen und nach Abfiltrieren
der Schlacke ins Abwasser abgeleitet, womit auch die im
Wasser gelösten Substanzen ausgeschleust werden.

30 Obwohl die Schlacke durch die erfindungsgemäße Behandlung
der Suspension nicht vollständig vom Ruß abgetrennt wird
und auch aus dem Wasserkreislauf nur ein Teil ausgeschleust
wird, kann die Schlackekonzentration im Reaktor in jedem
Fall hinreichend niedrig gehalten werden, um die störenden
Ablagerungen in den Gaskühlern sicher zu verhindern.

35 Die mit dem Waschwasser auf den Rußwascher zurückgeführten
Schlacketeilchen bilden keine neuen Agglomerate mit Ruß.

Das erfindungsgemäße Verfahren hat die folgenden weiteren Vorteile:

5 Der Ruß wird jetzt als schlackearmer Ruß in den Reaktor zurückgefahren. Aus dem Wasserkreislauf wird praktisch rußfreie Schlacke ausgeschleust. Rußfreie Schlacke ist im Gegensatz zu den hauptsächlich aus Ruß bestehenden Agglomeraten leicht filtrierbar, der rußfreie Filterkuchen ist praktisch wasserfrei.

10

Rußfreie Schlacke ist darüber hinaus ein Wertstoff, aus dem die Schwermetalle, besonders Vanadium und Nickel, auf wirtschaftliche Weise gewonnen werden können.

15 Damit entfällt die sonst unumgängliche Deponie eines schwermetallhaltigen Ruß-Schlacke-Gemisches, die erhebliche Umweltprobleme mit sich bringt.

20 An Hand der Zeichnungen wird das erfindungsgemäße Verfahren beispielhaft beschrieben:

In den Figuren bedeutet (1) die Leitung, durch die die Ruß-Schlacke-Suspension aus der Rußwäsche in die Rußextraktion gelangt, (2) und (3) sind die weiterführenden Leitungen zum Absitzbehälter. (4), (10), (11a), (11b) und (11c) bedeuten die Zuleitungen für Benzin zur Rußextraktion, (5) und (6) sind die Ableitungen für die Benzinphase und die Wasserphase aus dem Absitzbehälter. (7) bedeutet die "Harfe", bestehend aus einem Verteilerrohr (7a), einem Sammelrohr (7b) und einer Reihe 30 paralleler Röhrrchen (7c), von denen hier vier gezeichnet sind, deren Anzahl sich jedoch nach dem aktuellen Durchsatz richtet.

35 Nicht eingezeichnet sind die Absperrarmaturen an jedem einzelnen Röhrrchen der Harfe, mit deren Hilfe bei Durchsatzänderung die Zahl der wirksamen Röhrrchen gewählt

werden kann. (8) bedeutet ein einfaches Mischorgan für Benzin und Wasser, das ein statischer Mischer oder ein Mischventil sein kann. (9) ist ein Absitzbehälter und (12) ein Hochleistungsdispergiergerät.

5

In Figur 1 passiert die wäßrige Ruß-Schlacke-Suspension, die durch Leitung (1) aus der Rußwäsche kommt, die "Harfe" (7) und wird durch Leitung (2) zum Mischer (8) weitergefördert. In diese Leitung (2) wird über Leitung (4) die für die Extraktion benötigte Benzinmenge zu-
10 gegeben. Im Mischer (8) werden die beiden Ströme vermischt; das Gemisch wird dann durch Leitung (3) zum Absitzbehälter (9) gefördert, wo sich die Phasen trennen. Über Leitung (5) wird eine Suspension praktisch des gesamten
15 Rußes mit einem geringen Anteil Schlacke in dem aus Leitung (4) zugeführten Benzin abgezogen, während über Leitung (6) praktisch rußfreies schlackehaltiges Wasser zur erneuten Rußwäsche entnommen wird; hieraus wird ein Anteil des Wassers abgezweigt und nach Filtration ver-
20 worfen.

In einer anderen Ausführungsform nach Figur 2 wird zur Ruß-Schlacke-Suspension in Leitung (1) vor Einleiten in die "Harfe" (7) über Leitung (10) nur 10 bis 20 % der
25 benötigten Benzinmenge zugesetzt und im Mischer (8) vorgemischt. Die restlichen 80 bis 90 % der Benzinmenge werden über Leitung (11a) nach Passieren der "Harfe" (7) während des Weitertransports durch Leitung (2) zum Absitzbehälter (9) oder alternativ durch Leitung (11c)
30 direkt in den Absitzbehälter (9) zugesetzt; die weitere Führung und Auftrennung des Gemisches erfolgt wie oben beschrieben.

In einer anderen Ausführungsform nach Figur 3 wird die
35 Ruß-Schlacke-Suspension aus Leitung (1) nach Zusatz von 10 bis 20 % der benötigten Benzinmenge durch das Hochleistungsdispergiergerät (12) und weiter durch Leitung

(2) in den Absatzbehälter (9) geleitet. Auf diesem Weg wird die restliche Benzinmenge (80 bis 90 %) über Leitung (11a) in Leitung (2) zugeführt; diese Benzinmenge kann auch über Leitung (11b) direkt in das Dispergiergerät (12) geleitet werden, sofern sichergestellt ist, daß diese große Benzinmenge nicht die Dispergiervorrichtung durchläuft. Die weitere Aufarbeitung des Gemisches im Absatzbehälter erfolgt wie oben beschrieben.

10 In einer weiteren Ausführungsform nach Figur 4 wird die Ruß-Schlacke-Suspension aus Leitung (1) zunächst durch die "Harfe" (7) geführt, auf dem weiteren Weg durch Leitung (2) wird aus Leitung (10) eine Teilmenge von 10 bis 20 % des für die Rußextraktion benötigten Benzins zugesetzt und anschließend im Mischer (8) vermischt. Auf dem weiteren Wege durch Leitung (3) wird aus Leitung (11a) die Restmenge Benzin (80 bis 90 %) zugesetzt, dann wird das Gemisch in den Absatzbehälter (9) geleitet, wo die Weiterverarbeitung in schon beschriebener Weise erfolgt.

Eine andere Ausführungsform (Figur 5) stellt eine Kombination von "Harfe" und Hochleistungsdispergiergerät dar. Der Aufbau entspricht der Ausführungsform nach Figur 4 mit dem Unterschied, daß hier anstelle des einfachen Mischers ein Hochleistungsdispergiergerät (12) eingesetzt ist; diese Kombination bringt besonders gute Ergebnisse bei der Abtrennung der Schlacke aus dem Ruß. Auch hier kann die große Benzinmenge statt durch Leitung (11a) in Leitung (3) auch durch Leitung (11b) direkt in das Dispergiergerät (12) eingeführt werden, wenn sie nicht die Dispergiervorrichtung durchläuft.

Eine weitere Variante zu Figur 5, bei der "Harfe" und Hochleistungsdispergiergerät gegeneinander ausgetauscht sind, ist möglich.

Vergleichsbeispiel 1

Aus der Rußwäsche einer partiellen Oxidation von schwerem Heizöl wird eine wäßrige Suspension abgezogen, die 4,8 g/l
5 Feststoff enthält. Der Feststoff besteht aus Agglomeraten von Ruß mit einem geringen Ascheanteil; der Veraschungs-
rückstand beträgt 10,5 %, auf den Feststoff bezogen. Dieser Suspension werden (entsprechend DE-PS 1 216 259)
10 40 Vol.-% Spezialbenzin zugesetzt, die Komponenten werden in einem statischen Mischer gemischt, das Gemisch in einen
Absatzbehälter geleitet, aus dem oben die Benzin- und unten die Wasserphase abgezogen werden. Die Wasserphase
enthält nur 85 mg/l Feststoff, während fast der gesamte Feststoff in der Benzinphase vorliegt. Der Veraschungs-
15 rückstand ist mit 10,3 % bzw. 10,9 % des Feststoffgehalts innerhalb der Meßgenauigkeit unverändert gegenüber dem
Veraschungsrückstand im Feststoff der ursprünglichen Suspension.

20 Vergleichsbeispiel 2

Die gleiche Ruß-Schlacke-Suspension wie im Vergleichs-
beispiel 1 wird in bekannter Weise zunächst mit 4 Vol.-%
Spezialbenzin versetzt, die Komponenten werden vermischt.
25 Anschließend werden sofort weitere 36 Vol-% Spezialbenzin zugesetzt und das gesamte Gemisch in den Absatzbehälter
übergeführt. Die aus dem Behälter oben abgezogene Benzin-
phase enthält wieder praktisch den gesamten Feststoff mit
einem Veraschungsrückstand von 10,6 %, während die unten
30 aus dem Behälter abgezogene Wasserphase 90 mg/l Feststoff
mit einem Veraschungsrückstand von 10,7 % enthält.

Nach der Methode der beiden Vergleichsbeispiele findet
nahezu kein Austrag von Schlacke in die Wasserphase statt,
35 sondern fast die ganze Schlacke verbleibt beim Ruß und
wird schließlich mit diesem zusammen in den Reaktor
zurückgeführt.

Beispiel 1

Die Ruß-Schlacke-Suspension aus den Vergleichsbeispielen wird, entsprechend der Figur 2, zunächst mit 4 Vol.-%
5 Benzin versetzt und, nach Vormischung in einer Mischvorrichtung, durch eine "Harfe" mit 12 parallelen Röhren von 1 cm Durchmesser und 2 m Länge geleitet. Der Druckabfall über der "Harfe" beträgt etwa 5 bar und die mittlere Strömungsgeschwindigkeit in den Rohren 8 bis 15 m/s.
10 Nach Austritt aus der "Harfe" werden weitere 36 Vol.-% Benzin zugesetzt, und die gesamte Mischung wird in den Absitzbehälter zur Phasentrennung geleitet.

Die Benzinphase enthält wieder fast den gesamten Ruß, der Veraschungsrückstand beträgt jetzt aber nur noch 7,5 % des
15 Feststoffes. Die im Gegensatz zu den Vergleichsbeispielen jetzt dunkle wäßrige Phase enthält 165 mg/l Feststoff mit einem Aschegehalt von 148 mg/l, d. h., der Aschegehalt beträgt 90 % des Feststoffes. Damit sind ca. 30 % der Schlacke aus der ursprünglichen Ruß-Schlacke-Suspension
20 nahezu rußfrei in die Wasserphase übergegangen.

Beispiel 2

Die Ruß-Schlacke-Suspension der vorigen Beispiele wird
25 entsprechend Figur 3 mit 4 Vol.-% Spezialbenzin versetzt und der Behandlung in einem Hochleistungsdispergiergerät unterworfen. Anschließend werden über die Leitung (11a) weitere 36 Vol.-% Benzin zugesetzt und die gesamte Mischung zur Phasentrennung in den Absitzbehälter geleitet.
30 Die oben aus dem Absitzbehälter abgezogene Benzinphase enthält wieder praktisch den gesamten Ruß, jetzt aber mit einem Veraschungsrückstand von nur noch 4,9 % des Feststoffes, während die unten abgezogene wäßrige Phase 302 mg/l Feststoff mit einem Ascheanteil von 280 mg/l enthält,
35 d. h., der Aschegehalt beträgt ca. 93 % des Feststoffes. Damit sind ca. 60 % der Schlacke nahezu rußfrei in die Wasserphase übergegangen.

Beispiel 3

Die Ruß-Schlacke-Suspension aus den vorangegangenen Beispielen wird gemäß Figur 5 direkt durch die im Bei-
5 spiel 1 beschriebene "Harfe" geleitet, anschließend werden 4 Vol.-% Benzin zugesetzt, und die Mischung wird durch ein Hochleistungsdispergiergerät geführt. Über die Leitung (11a) werden weitere 36 Vol.-% Benzin zugegeben und die Mischung wird in den Absitzbehälter zur Phasen-
10 trennung geleitet. Die Benzinphase enthält wieder fast den gesamten Ruß, der Veraschungsrückstand beträgt jetzt aber nur noch 2,3 % des Feststoffes. Die Wasserphase enthält an Feststoff jetzt 420 mg/l, der Veraschungsrückstand beträgt 397 mg/l, d. h., 95 % des Feststoffes.
15 Die in der ursprünglichen Suspension enthaltene Schlacke ist zu 80 % nahezu rußfrei in die Wasserphase übergegangen, während nur noch 20 % über die weitere Verarbeitung des Rußes in die Gaserzeugung gelangen.

20 In einer technischen Anlage wurde gemessen, daß sich die Schlackekonzentration im Synthesegas bei Ausschleusung von 10 % des Feststoffes in der Wasserphase ungefähr halbieren läßt und bei Ausschleusung von 20 % auf etwa
25 ein Drittel zurückgeht. So geht der Schlackegehalt des Gases von $1,6 \text{ g/m}^3$ auf $0,76$ bzw. $0,44 \text{ g/m}^3$ (jeweils auf den Normalzustand bezogen) zurück. Damit lassen sich Schlackekonzentrationen im Synthesegas erreichen, bei denen in den Gaskühlern keine Ablagerungen entstehen.

30 Die wesentlichen Daten aller Beispiele werden in Tabelle 1 zusammengestellt. Sie zeigt sehr übersichtlich, wie durch das erfindungsgemäße Verfahren die Asche in der Benzinphase abnimmt und in der für die Ausschleusung wichtigen
35 wäßrigen Phase zunimmt, wobei die Asche in der wäßrigen Phase praktisch rußfrei ist.

Tabelle 1

		Vergleichs- beispiel 1	Vergleichs- beispiel 2	Beispiel 1 nach Figur 2	Beispiel 2 nach Figur 3	Beispiel 3 nach Figur 5
5	wäßrige Ruß- Schlacke- Suspension (1 Liter)	Feststoff (g) 4,8 Ruß (g) 4,3 Asche (mg) 506 Ascheanteil im Feststoff (%) 10,5	4,8 4,3 506 10,5	4,8 4,3 506 10,5	4,8 4,3 506 10,5	4,8 4,3 506 10,5
10	Benzin- phase (0,4 Liter)	Feststoff (g) 4,7 Ruß (g) 4,2 Asche (mg) 510 Ascheanteil im Feststoff (%) 10,9	4,6 4,1 490 10,6	4,65 4,3 350 7,5	4,5 4,3 219 4,9	4,4 4,3 101 2,3
15	wäßrige Phase (1 Liter)	Feststoff (g) 0,085 Ruß (g) 0,076 Asche (mg) 8,8 Ascheanteil im Feststoff (%) 10,3	0,090 0,080 9,6 10,7	0,165 0,017 148 90	0,302 0,020 280 93	0,420 0,020 397 95

5

10

15

20

Patentansprüche:

- 5 1. Verfahren zur Herstellung von Synthese- oder Brenngasen durch partielle Oxidation schlackereicher Einsatzstoffe, wobei der entstehende Ruß mittels Wasser aus dem Gas ausgewaschen und nach Abscheidung aus dem Wasser mit Hilfe eines mit Wasser nicht mischbaren organischen Lösungsmittels in den Reaktor zurückgeführt wird,
10 dadurch gekennzeichnet,
daß man
- 15 a) die Suspension von Ruß-Schlacke-Agglomeraten in einem scherkrafterzeugenden Dispergiergerät behandelt,
b) aus der wäßrigen Phase einen Teil der rußfreien Schlacke kontinuierlich ausschleust und
20 c) aus der Phase des organischen Lösungsmittels schlackearmen Ruß in den Synthesegasreaktor zurückführt.
- 25 2. Verfahren nach Anspruch 1,
dadurch gekennzeichnet,
daß als scherkrafterzeugendes Dispergiergerät entweder
30 mehrere parallel geschaltete Rohre, oder
ein Dispergiergerät mit mechanisch erzeugten Scherkräften, oder
ein Ultraschallgerät, oder
35 eine Kombination solcher Geräte
verwendet werden.

ß

1/1

0063682

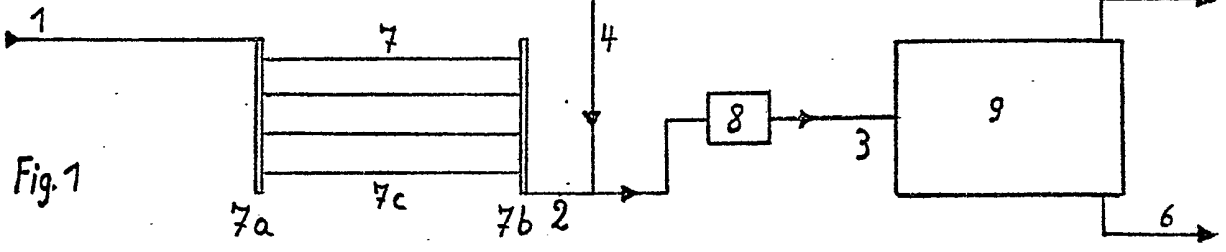


Fig. 1

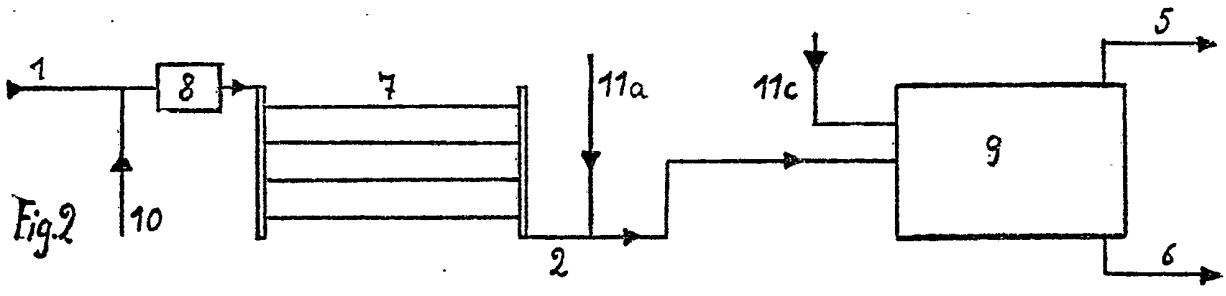


Fig. 2

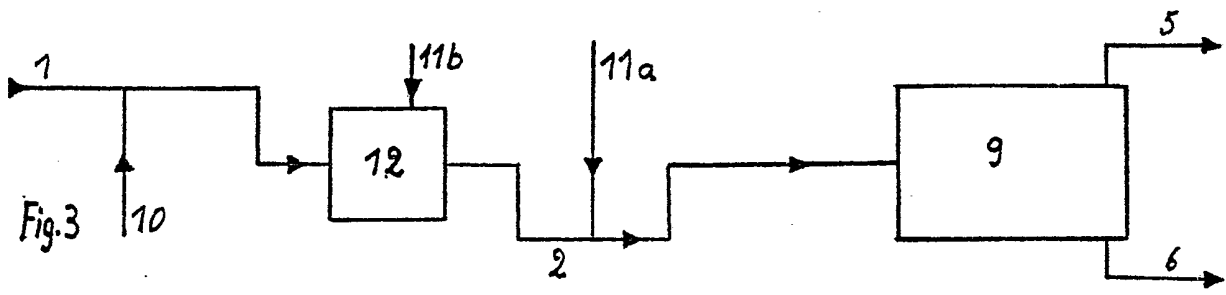


Fig. 3

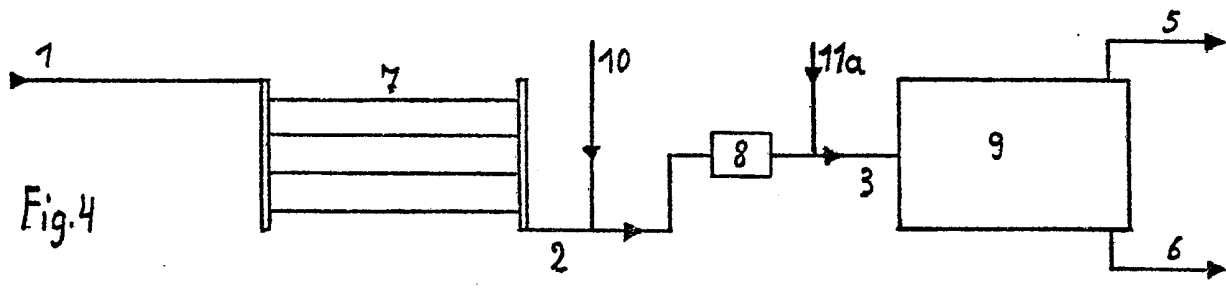


Fig. 4

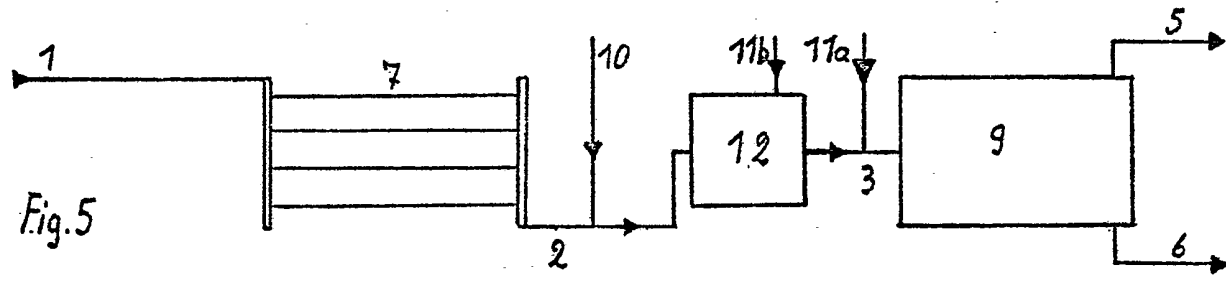


Fig. 5