

(19)



Europäisches Patentamt
European Patent Office
Office européen des brevets

(11) Veröffentlichungsnummer:

0 132 526
A2

(12)

EUROPÄISCHE PATENTANMELDUNG

(21) Anmeldenummer: 84105406.7

(51) Int. Cl.⁴: C 10 G 1/06

(22) Anmeldetag: 12.05.84

(30) Priorität: 24.06.83 DE 3322730

(43) Veröffentlichungstag der Anmeldung:
13.02.85 Patentblatt 85/7(84) Benannte Vertragsstaaten:
BE DE FR GB NL(71) Anmelder: RUHRKOHLE AKTIENGESELLSCHAFT
Rellinghauser Strasse 1 Postfach 10 32 62
D-4300 Essen 1(DE)(72) Erfinder: Langhoff, Josef, Dr. rer.nat.
Kleinerbergerhof 10
D-4220 Dinslaken(DE)(72) Erfinder: Wolowski, Eckard, Dr.-Ing.
Kettwiger Strasse 11
D-4330 Mülheim(DE)(72) Erfinder: Mirtsch, Frank, Dr.-Ing.
Prosper Strasse 101
D-4250 Bottrop(DE)

(54) Verfahren zur Kohlehydrierung mit integrierter Raffinationsstufe.

(57) Nach der Erfindung werden beim Hydrieren mit Sumpffphasehydrierung und nachgeschalteter Gasphasehydrierung die schwersiedenden flüssigen Anteile von den leichtersiedenden Dampfanteilen nach Verlassen des Heißabscheiderkopfes durch teilweise Kondensation in einem Zwischenabscheider getrennt, so daß der Gasphase-Reaktor eine bessere Standzeit sowie optimale Reaktionsbedingungen erhält und weiterhin eine verbesserte Lösungsmittelqualität für die Sumpffphasehydrierung entsteht.

EP 0 132 526 A2

- 7 -

"Verfahren zur Kohlehydrierung mit integrierter Raffinationsstufe"

Die Erfindung betrifft die Erzeugung von flüssigen Kohlenwasserstoffen aus der Kohlehydrierung, wobei in einem Arbeitsgang veredelte Produkte mit vergleichsweise niedrigerer Siedelage entstehen.

Die über die Sumpfhasehydrierung von Kohle oder schwersiedenden kohlestämmigen Produkten (Teere, Peches usw.) erzeugten rohen Kohleöle bedürfen weiterer Aufbereitungsschritte, um zu veredelten, lagerbeständigen flüssigen Kohlenwasserstoffen zu gelangen. Zur Erhöhung des thermischen Wirkungsgrades und der Wirtschaftlichkeit des Gesamtprozesses ist die direkte Hintereinanderschaltung von Sumpfhasehydrierung und Raffinationsstufe sinnvoll; denn die für die Raffinationsstufe erforderlichen Prozeßparameter (Druck, Temperatur) fallen nach der Sumpfhasehydrierung automatisch an.

Da bei der Raffination von rohen Kohleölen aus der Sumpfhasehydrierung gleichzeitig auch eine Umwandlung zu leichteren Siedeschnitten hin erfolgt, läßt sich der Gesamtprozeß im Hinblick auf gewünschte Produktqualitäten optimieren. Für eine wirtschaftliche Prozeßführung mit hoher Verfügbarkeit der Gesamtanlage spielen die Standzeit sowie die optimalen Reaktionsbedingungen des Festbettkatalysators in der Raffinationsstufe eine entscheidende Rolle. Weiterhin ist die Qualität des für die Kohleanmischung benötigten Lösungsmittels von Bedeutung.

Zur Erzeugung von veredelten flüssigen Kohlenwasserstoffen aus Kohle, kohlestämmigen Produkten (Pech, Teere usw.) und erdölstämmigen Schwerölen sind mehrere Verfahren zur direkten Hintereinanderschaltung von Sumpffphasehydrierung und Gasphasehydrierung (Festbettkatalysator) bekannt. Bei der "Kombi-Hydrierkammer" nach W. Urban (Zeitschrift: ERDÖL UND KOHLE", 8. Jahrgang; Nov. 1955, Nr. 11 Seiten 780-782) werden die in den Sumpffphase-Reaktoren erzeugten Kohlenwasserstoffe, welche leichte, mittlere und schwere Siedelagen enthalten, bei ca. 430 °C und ca. 300 bar über Gasphasereaktoren mit Festbettkatalysatorfüllung geführt. Dieses heute unter dem Namen "VEBA-COMBI-CRACKING" bekannte Verfahren wurde auch auf die Kohlehydrierung übertragen (Zeitschrift: "ENERGIE", Jahrgang 34, Nr. 6, Juni 82, Seiten 172-173). Bei dem Kombiverfahren nach L. Raichle und W. Krönig (Offenlegungsschrift Nr. 2654635) werden die in der Sumpffphasehydrierung erzeugten Kohleöldämpfe in zwei Teile aufgeteilt: Hierbei wird ein Teil über die Gasphasereaktoren mit stückigem Katalysator geführt, wobei nach anschließender Flüssiggastrennung und Destillation die leichteren Siedelagen als Produkte abgeführt werden und die schweren Siedelagen (aufhydriertes Mittel- und Leichtöl) einen Teil des Lösungsmittels für die Kohleanmaischung bilden. Der andere Teil wird nach Verlassen der Sumpffphasehydrierung (Heißabscheider) direkt auskondensiert und liefert die erforderlichen restlichen Mittelöl- und Schwerölmengen für die Anmaischung der Kohle. Auf diese Weise entsteht ein Lösungsmittel, welches sich aus einem Gemisch aus aufhydrierten (im Gasphasereaktor) und nicht aufhydrierten Mittel- und Schwerölen zusammensetzt. In dieser Hinsicht unterscheidet sich dieses Verfahren von anderen Hydrierverfahren (z.B. EXXON-Verfahren), bei welchen das gesamte Lösungsmittel aufhydriert wird. Nachteilig ist jedoch bei dem Ver-

fahren von Raichle und Krönig, daß die direkt auskondensierten Kohleöldämpfe auch einen beträchtlichen Teil des erzeugten Leichtöls enthalten, welches als Endprodukt unveredelt anfällt.

Alle o.g. Verfahren haben den Nachteil, daß die über den Gasphasereaktor mit Festbettkatalysator geführten rohen Kohlenwasserstoffdämpfe einen großen Anteil an schwersiedenden Ölen enthalten, welche zur erhöhten Koksbildung führen und dadurch die Standzeit des stückigen Katalysators reduzieren.

Der Erfindung liegt die Aufgabe zugrunde, den Anteil an schwersiedenden Ölen in den rohen Kohlenwasserstoffdämpfen zu reduzieren.

Dabei geht die Erfindung von dem Gedanken aus, einen Zwischenabscheider zu verwenden. Solche Zwischenabscheider sind an sich bei der reinen Sumpfphasehydrierung (ohne nachgeschaltete Gasphasehydrierung) bekannt. Dort ist der Zwischenabscheider hinter dem Heißabscheider angeordnet.

Hierbei wird letzterer hinsichtlich Temperatur und Druck so gefahren, daß im Zwischenabscheidersumpf diejenige Lösungsmittelmenge, bestehend aus Mittel- und Schweröl, anfällt, die notwendig ist, um als Teilstrom zu einem aus einer Vakuumkolonne stammenden anderen Teilstrom zugemischt die Lösungsmittelautarkie der Sumpfphasehydrierung sicherzustellen. (U. Bönisch, B. Strobel: Offenlegungsschrift Nr. DE 30 22 158 A 1). Da die Kopfprodukte des Zwischenabscheiders nur Produktöle, bestehend aus Leicht- und Mittelölen (ggf. geringe Schwerölmenge) enthalten, entfällt die sonst übliche Destillationsstufe zur Trennung von Produkt- und Lösungsmittelölen. Nachteilig ist jedoch, daß im Zwischenabscheidersumpf auch

eine - wenn auch geringe - Leichtölmengende abgezogen wird, welche im Lösungsmittel wieder der Sumpfphasehydrierung zugeführt wird.

Nach der Erfindung wird das dadurch vermieden, daß die rohen Kohleöle aus der Sumpfphasehydrierung nach Verlassen des Heißabscheiderkopfes durch teilweise Kondensation in dem Zwischenabscheider in einen schwersiedenden flüssigen Anteil und einen leichtersiedenden Dämpfe-Anteil aufgeteilt werden. Die leichtersiedenden Kohleöldämpfe, welche über den Gasphasereaktor gefahren werden, bestehen aus Leicht-, Mittelöl und ggf. aus einer vergleichsweise geringen Menge an leichtem Schweröl. Diese Aufteilung läßt sich durch Verändern der Zwischenabscheidertemperatur variieren. Hierdurch wird erreicht, daß die Sumpfphasehydrierung in einem Arbeitsprozeß mit der Gasphasehydrierung verbunden, so daß nur die tendentiell leichtersiedenden rohen Kohleöle (mit nur etwas Schweröl-Anteil) über die Gasphase-Reaktoren gefahren werden. Die tendentiell schwersiedenden rohen Kohleöle werden weitgehend vor dem Gasphase-Reaktor abgezogen und dienen als Teil des Lösungsmittels für die Kohleanmischung. Das hat zur Folge, daß der Gasphase-Reaktor einerseits eine bessere Standzeit sowie optimale Reaktionsbedingungen zur Erzeugung (teil-)raffinierter und leichtersiedender Produkte erhält und andererseits von dem Kohleölanteil (speziell Schweröl), welcher als Lösungsmittel für die Kohleanmischung benötigt wird, entlastet wird. Darüberhinaus lassen sich die Reaktionsbedingungen für einen Katalysator bei nicht zu breiter Siedelage der Einsatzprodukte optimaler einstellen. Der Einsatz für den Gasphasereaktor fällt in der gewünschten Siedelage an. Eine Optimierung des Gesamtprozesses erfolgt in der Weise, daß einerseits eine optimale Refination und Konversation von rohen Kohleölen (Leicht-, Mittelöl und etwas Schweröl) zu veredelten Kohlenwasserstoffen

mit leichterem Siedelage erfolgt und andererseits die Standzeit sowie die Reaktionsbedingungen für den Katalysator im Gasphasereaktor optimiert werden. Weiterhin wird für den Fall, daß mengenmäßig mehr Kohleöle über den Gasphasereaktor gefahren werden als es der Produktmenge entspricht, nur Leicht- und Mittelöle sowie die leichteren Siedeschnitte des Schweröls im Gasphasereaktor aufhydriert. Hierdurch wird einerseits der Katalysator schonend beansprucht und andererseits wird ein aufhydrierter Lösungsmittelteil, bestehend aus Mittelöl und leichten Schwerölschnitten, erzeugt. Dabei zeigt sich, daß die für den Hydrierprozeß ausschlaggebende Lösungsmittelqualität wesentlich durch Art und Menge des Mittelöls und ggf. des leichten Schweröls (z.B. Donatorwirkung der relativ leicht aufhydrierbaren Mittelöle und leichten Schwerölfractionen) bestimmt wird.

Der so erzeugte und in die Kohleanmischung rückgeführte Teil des Lösungsmittels besteht dann einerseits aus dem aufhydrierten Lösungsmittelöl (frei von Schweröl) mit höherer Siedelage) und andererseits aus dem schwerersiedenden Zwischenabscheidersumpfprodukt, welches nicht aufhydriert ist. Hierdurch ergibt sich eine für den Hydrierprozeß verbesserte Lösungsmittelqualität.

Da der Flüssiganteil im Zwischenabscheider noch geringe Mengen an Leichtöl enthält, kann ggf. durch Strippen mit wasserstoffhaltigen Gasen und teilweise Verdampfung des Flüssiganteils und/oder durch Entspannungsverdampfung der o.g. Leichtölanteile weitgehend abgetrennt und dem Einsatz für die Gasphasehydrierung zugeschlagen werden.

Nachfolgend sind verschiedene Beispiele der erfindungsgemäßen Hydrierung dargestellt.

- 6 -

Es zeigen die Fig. 1 bis 5 Fließschema verschiedener erfindungsgemäßer Fahrweisen. Nach Figur 1 werden die Produkte aus der Sumpfphasehydrierung 1 im Heißabscheider 2 bei ca. 450 °C in eine Flüssig-/Feststoff-Phase (Sumpf) und eine Gas-/Dämpfe-Phase (Kopf) getrennt. Diese Gas-/Dämpfe-Phase, welche die eigentlichen Kohleöle enthält, wird in Wärmetauschern 3 teilweise abgekühlt, wodurch die tendenziell schwereren Siedeschnitte der Kohleöle größtenteils auskondensieren. Die Trennung von Flüssigphase einerseits und Gas-/Dämpfe-Phase andererseits erfolgt im Zwischenabscheider 4 bei 320 bis 420 °C.

Die Temperatur des Zwischenabscheiders 4, welche das thermodynamische Gleichgewicht und somit die Auftrennung des Kohleöls in eine leichtersiedende Dampfphase und eine schwerersiedende Flüssigphase bestimmt, läßt sich durch alternative Verschaltung der Einsatz-Produkt-Wärmeaustauscher 3, welche einen großen Teil der Abwärme der Produkte zurückgewinnen, variieren.

Es sind sechs Verfahrensvarianten vorgesehen, um in Abhängigkeit von den Produktmengen und -siedelagen des Kohleöls aus der Sumpfphasehydrierung die optimalen Reaktionsbedingungen für die Gasphasehydrierung einzustellen:

Fahrweise a:

Die Heißabscheider-Kopfprodukte werden im Wärmetauscher 3 auf Reaktionstemperatur des Gasphasereaktors 6 abgekühlt. Hierbei fällt noch ein beträchtlicher Teil des Schweröls (z.B. 70 %) aus dem Heißabscheider-Kopfprodukt dampfförmig an. Nahezu das gesamte Leichtöl und der überwiegende Teil des Mittelöls fallen ebenfalls dampfförmig an.

Bei dieser Fahrweise werden mengenmäßig mehr Produkte über die Gasphasereaktoren 6 gefahren, als den Endprodukten ent-

spricht; d.h. ein Teil der raffinierten Produkte (Mittel- und Schweröl) werden als aufhydrierter Lösungsmittelanteil verwendet.

Beispiel 1

Bezogen auf 100 kg Kohle (...f) in die Sumpfphasereaktoren 1 (480°C, 300 bar) und einer Lösungsmittelmenge 150 kg (50% Mittelöl, 50 % Schweröl) ergibt sich im Zwischenabscheider 4 bei einer Temperatur von 390°C - 400°C folgende Produktauftrennung: Die Sumpfphase des Zwischenabscheiders enthält 15,8 kg Öle (1,5 % Leichtöl, 24 % Mittelöl, 74,5 % Schweröl), welche als Lösungsmittelanteil rezirkuliert werden. Die Kopfphase des Zwischenabscheiders 4 (Einsatz für den Gasphasereaktor 6) besteht aus dem Hydriergas der Sumpfphase-Hydrierung und 126 kg Öldämpfen (14,5 % Leichtöl, 55,5 % Mittelöl, 30 % Schweröl). Im Gasphasereaktor 6 werden bei 390°C und 280 bar die rohen Kohleöle mittels Refination an einem Festbettkatalysator vorraffiniert und teilweise zu leichteren Siedelagen konvertiert. Bei einer spezifischen Katalysatorbelastung von 1 kg Öl/1 kg Katalysator · h ergibt sich eine Produktverteilung von ca. 30 % Leichtöl, 43,5 % Mittelöl und 26,5 % Schweröl. Die Kohleöle aus dem Gasphasereaktor 6 werden durch Abkühlung 7 auskondensiert und im Abscheider 8 von den Restgasen getrennt. In einer anschließenden Destillation werden die vorraffinierten Kohleöle aufgeteilt in Benzin, Mittelöl und Schweröl. Als Produkt werden das gesamte Benzin und 22 % des Mittelöls abgegeben. Das gesamte Schweröl und das restliche Mittelöl (78 %) werden als Lösungsmittelanteil, welcher aufhydriert ist, zur Anmischung der Kohle rezirkuliert. Bezogen auf das gesamte Lösungsmittel beträgt das aufhydrierte Lösungsmittel 50 %.

Fahrweise b):

Die Heißabscheider-Kopfprodukte werden im Wärmeaustauscher 3 auf eine Zwischenabscheidertemperatur abgekühlt, welche unterhalb der

Reaktionstemperatur des Gasphasereaktors 6 liegt. Hierdurch wird erreicht, daß ein großer Teil des Schweröls auskondensiert. Die Gas-/Dämpfe-Phase enthält vergleichsweise wenig Schweröl und ermöglicht somit optimale Reaktionsbedingungen für den stückigen Katalysator im Gasphasereaktor 6. Vor Eintritt in den Gasphasereaktor wird die Gas-/Dämpfephase auf Reaktionstemperatur des Gasphasereaktors 6 durch Aufheizung 5 - hitzt. Nach Verlassen des Gasphasereaktors 6 werden die Produkte und Gase über einen Kühler 7 einem Abscheider 8 zugeführt.

Beispiel 2

Bei gleichen Einsatzbedingungen wie Beispiel 1 ergibt sich im Zwischenabscheider 4 bei einer Temperatur von 330°C - 340°C folgende Produktauftrennung: Die Sumpfphase des Zwischenabscheiders enthält 70,5 kg Öle (2,5 % Leichtöl, 40,5 % Mittelöl, 57 % Schweröl), welche als Lösungsmittelanteil rezirkuliert werden. Die Kopfphase des Zwischenabscheiders 4 (Einsatz für den Gasphasereaktor 6) besteht aus dem Hydriergas der Sumpfphasehydrierung und 71 kg Öldämpfen (23 % Leichtöl, 63,5 % Mittelöl, 13,5 % Schweröl), welche in der Aufheizung 5 auf die Reaktionstemperatur 390°C des Gasphasereaktors 6 aufgeheizt werden. Im Gasphasereaktor werden bei 390°C und 280 bar die rohen Kohleöle mittels Raffination an einem Festbettkatalysator vorraffiniert und teilweise zu leichteren Siedelagen konvertiert. Bei einer spezifischen Katalysatorbelastung von 1 kg Öl/1 kg Katalysator · h ergibt sich eine Produktverteilung von ca. 34 % Leichtöl, 53,5 % Mittelöl und 12,5 % Schweröl. Die Kohleöle aus dem Gasphase-Reaktor 6 werden durch Abkühlung 7 auskondensiert und im Abscheider 8 von den Restgasen getrennt. In einer anschließenden Destillation werden die vorraffinierten Kohleöle aufgeteilt in Benzin, Mittelöl und Schweröl. Als Produkt werden das gesamte Benzin und 63,5 % des Mittelöls abgegeben. Das gesamte Schweröl und das restliche Mittelöl (36,5 %) werden als Lösungsmittelanteil, welcher aufhydriert ist, zur Anmischung der Kohle rezirkuliert. Bezogen auf das gesamte Lösungsmittel beträgt das aufhydrierte Lösungsmittel 15 %.

Die weiteren Fahrweisen (c-f) stellen Modifikationen der Fahrweise b) dar. Im Zwischenabscheidersumpf fällt auch eine geringe Menge an Leichtöl an. Um zu verhindern, daß dieser - wenn auch geringe - Leichtöl-Anteil als Lösungsmittel in die Sumpphasehydrierung zurückgeführt wird, wird dieses Leichtöl größtenteils vom Zwischenabscheidersumpfprodukt getrennt und dem Einsatz für die Gasphasehydrierung zugeschlagen.

Fahrweise c):

Die Abtrennung des Leichtöls vom Zwischenabscheidersumpfprodukt erfolgt nach Figur 2 durch teilweise Verdampfung und/oder Strippen mit Hydriergas, Kreislaufgas oder Frischwasserstoff (ca. 97% H₂). Die Verdampfungstemperatur, welche zwischen Zwischenabscheider- und Gasphasereaktortemperatur liegt, sowie Menge und Qualität des Strippgases (z.B. Hydrier-Kreislaufgas, Frischwasserstoff, ca. 97 % H₂) bestimmen die Menge der zu verdampfenden leichtersiedenden Fraktionen. Die Aufheizung des Zwischenabscheidersumpfproduktes kann beispielsweise mittels Wärmeaustauscher 5 (z.B. Wärmerückgewinnung der Abwärme des Heißabscheiderkopfproduktes) oder in einem Aufheizofen (z.B. parallel zu der Aufheizung der Zwischenabscheider-Kopfprodukte) erfolgen. Die Gas-/Öldämpfe werden in einem weiteren Abscheider 9 vom Sumpfprodukt getrennt und dem Feed für die Gasphasehydrierung zugeführt.

Beispiel 3

In Anlehnung an die Zahlenwerte des Beispiels 2 besteht das Sumpfprodukt des Zwischenabscheiders 4 bei 330° - 340° C aus 70,5 kg Ölen, welche noch ca. 1,7 kg Leichtöl enthalten. Mittels Strippen mit 20 m³_N Frischwasserstoff (97 % H₂) und Erwärmung im Aufheizofen 5 auf ca. 390°C ergibt sich im Abscheider 9 eine Öldämpfmenge von ca. 18 kg (1,3 kg Leichtöl), welche dem Einsatz im Gasphasereaktor 6 zugeschlagen werden.

Fahrweise d):

Die Trennung des Leichtöls vom Sumpfprodukt des Zwischenabscheiders 4 erfolgt nach Figur 3 durch Entspannen des Sumpfproduktes mit anschließender destillativer Abtrennung der leichtersiedenden Fraktionen. In der Destillierkolonne 10 können entweder nur Leichtöl oder ein Gemisch aus Leichtöl und Mittelöl abgezogen werden, welches mittels einer Hochdruckpumpe 11 wieder auf Prozeßdruck komprimiert, erhitzt und dem Einsatz für die Gasphasehydrierung zugegeben wird. Die verfahrenstechnische Begründung für diese Fahrweise liegt darin, daß eine vollständige Abtrennung des Leichtöls vom Sumpfprodukt des Zwischenabscheiders erfolgt; auch kann in Abhängigkeit von der Temperatur des Zwischenabscheiders 4 durch Zugabe von Leichtöl und Mittelöl im Gasphasereaktor 6 eine Zweiphasenströmung erzeugt werden, falls optimale Reaktionsbedingungen im Gasphasereaktor dieses erfordern. Schließlich kann der Siedeschnitt in der Destillation 10 so eingestellt werden, daß über den Gasphasereaktor nicht nur die Produktmenge, sondern auch ein Lösungsmittelanteil (Mittelöl und ggf. Schweröl mit niedriger Siedelage) gefahren wird, um eine gewünschte Lösungsmittelqualität (erhöhter aufhydrierter Anteil) zu erzielen.

Beispiel 4

In Anlehnung an die Zahlenwerte des Beispiels 2 besteht das Sumpfprodukt des Zwischenabscheiders 4 bei 330 - 340°C aus 70,5 kg Ölen, welche noch ca. 1,7 kg Leichtöl enthalten. Durch Entspannung der Öle auf Atmosphärendruck verdampft ein Teil der Öle, welche jedoch durch Kondensation wieder in die flüssige Phase überführt werden. Die bei der Entspannung der Öle freigesetzten Gase werden abgeführt. In der Destillierkolonne 10 wird das Leichtöl (1,7 kg) vollständig vom Restöl (Lösungsmittelanteil 68,8 kg) getrennt und über die Pumpe 11 und die Aufheizvorrichtung 5 dem Einsatz der Gasphasehydrierung zugeführt. Auf diese Weise entsteht ein Lösungsmittel, welches praktisch frei von Leichtöl ist.

Fahrweise e):

Diese Verfahrensvariante nach Figur 4 lehnt sich an die Fahrweise d an. Durch die Entspannungsverdampfung 12 werden die leichteren Fraktionen vom Sumpf getrennt. Nach Kondensation dieser leichteren Fraktionen und Abtrennung der Gase werden sie in flüssiger Phase auf Hochdruck verdichtet, erhitzt und dem Einsatz des Gasphasereaktors zugeschlagen. Die Abtrennung der leichteren Fraktionen in der Entspannungsverdampfung 12 kann ggf. durch Strippen verstärkt werden.

Beispiel 5

In Anlehnung an die Zahlenwerte des Beispiels 2 besteht das Sumpfprodukt des Zwischenabscheiders 4 bei 330 - 340°C aus 70,5 kg Ölen, welche noch ca. 1,7 kg Leichtöl enthalten. Durch Entspannung dieser Öle auf ca. Atmosphärendruck im Entspannungsverdampfer 12 erfolgt eine Aufteilung in 15,5 kg Öldämpfe (1,5 kg Leichtöl) und 55 kg Öle (0,2 kg Leichtöl). Die 15,5 kg Öldämpfe mit 1,5 kg Leichtöl werden auskondensiert, von den Entspannungs- und Strippgasen getrennt und über eine Hochdruckpumpe 11 und Aufheizvorrichtung 5 dem Einsatz in die Gasphasenhydrierung zugeführt.

Fahrweise f):

Diese Verfahrensvariante nach Figur 5 stellt eine Erweiterung der Fahrweise e) dar. Durch die Entspannungsverdampfung 12 werden - ggf. durch Unterstützung von Strippgas - die leichteren Fraktionen vom Sumpf getrennt. Nach Kondensation dieser leichteren Fraktionen und Abtrennung der Gase werden sie in einer anschließenden Destillation 13 aufgeteilt in eine leichtersiedende Fraktion, welche praktisch das gesamte Leichtöl enthält, und in eine schwerersiedende Fraktion (Lösungsmittelanteil). Die leichtersiedende Fraktion wird mittels Verdichtung 11 auf Hochdruck verdichtet, erhitzt und dem Einsatz des Gasphasereaktors zugegeben.

Beispiel 6

In Anlehnung an Zahlenwerte des Beispiels 5 bestehen die 15,5 kg Öldämpfe aus dem Entspannungsverdampfer 12 aus 1,5 kg Leichtöl und 14 kg Mittel-/Schweröl. In der anschließenden Destillation 13 werden die 1,5 kg Leichtöl abgetrennt, verdichtet, erhitzt und dem Einsatz der Gasphasehydrierung zugegeben. Die verbleibenden 14 kg Mittel-/Schweröl werden dem Lösungsmittel zugeführt.

- 1 -

P a t e n t a n s p r ü c h e

- 1.) Verfahren zur Kohlehydrierung mit Sumpffphasehydrierung und nachgeschalteter Gasphasehydrierung d a d u r c h g e k e n n z e i c h n e t , daß die Kohleöle aus der Sumpffphasehydrierung durch teilweise Kondensation in einem Zwischenabscheider (4) unter Prozeßdruck in einen schwerersiedenden flüssigen Anteil und einen leichtersiedenden dampfförmigen Anteil aufgeteilt werden, der dampfförmige Anteil über Gasphasereaktoren gefahren und zu (teil)raffinierten Produkten mit niedrigerer Siedelage konvertiert, der flüssige Anteil, welcher den größten Teil der schwersiedenden Fraktionen enthält, vor dem Gasphasereaktor abgezogen und als Teil des Lösungsmittels der Kohleanmaischung zugeführt wird.
- 2.) Verfahren nach Anspruch 1, d a d u r c h g e k e n n z e i c h n e t , daß ein aufhydrierter Lösungsmittelanteil erzeugt wird, welcher entweder nur aus Mittelöl oder aus einem Gemisch aus Mittelöl und Schweröl mit niedriger Siedelage besteht und über den Gasphasereaktor mengenmäßig mehr Kohleöle gefahren werden als es den Produktmengen entspricht.
- 3.) Verfahren nach Anspruch 1, d a d u r c h g e k e n n z e i c h n e t , daß die Zwischenabscheidertemperatur in etwa der Reaktionstemperatur der Gasphasereaktoren (6) von 350 - 420 °C entspricht.

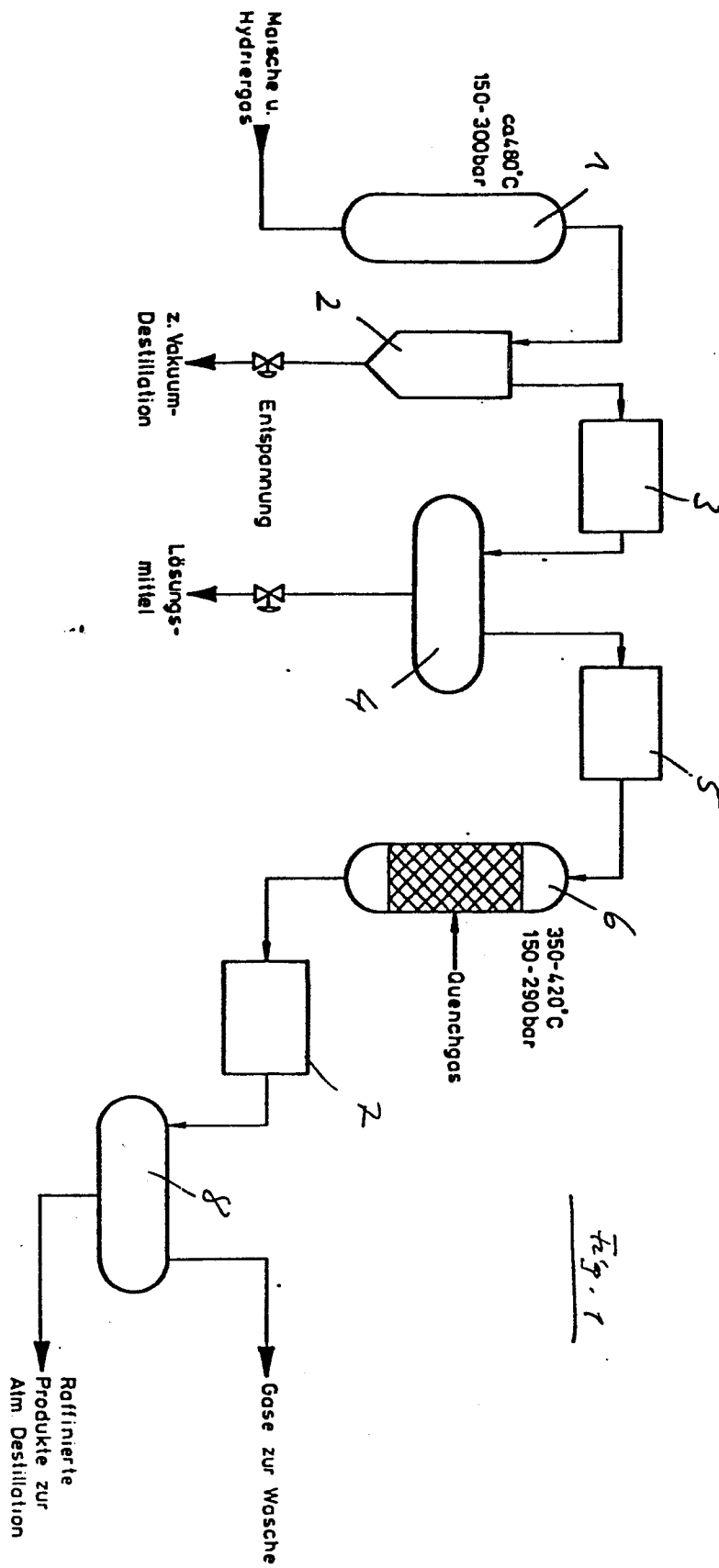
- 2 -

- 4.) Verfahren nach Anspruch 1, dadurch gekennzeichnet, daß die Zwischenabscheidetemperatur unter der Reaktionstemperatur der Gasphasereaktoren liegt und Zwischenabscheiderkopfprodukt dampfförmig gemeinsam mit den Gasen auf Reaktionstemperatur der Gasphasereaktoren erwärmt und dem Gasphasereaktor zugeführt wird.
- 5.) Verfahren nach Anspruch 1, dadurch gekennzeichnet, daß die Zwischenabscheidertemperatur unter der Reaktionstemperatur der Gasphasereaktoren liegt, das im Zwischenabscheidersumpfprodukt anfallende Leichtöl unter Prozeßdruck durch teilweise Verdampfung und/oder Strippen (mit Hydrier-Kreislaufgas oder Frischwasserstoff) größtenteils von der flüssigen Phase getrennt und dem Einsatz für die Gasphasenhydrierung zugeschlagen und vor Eintritt in die Gasphasereaktoren auf Reaktionstemperatur erwärmt wird.
- 6.) Verfahren nach Anspruch 1, dadurch gekennzeichnet, daß die Zwischenabscheidertemperatur unter der Reaktionstemperatur der Gasphasenreaktoren liegt, die flüssige Phase entspannt und in einer destillativen Fraktionierkolonne oder einfachen Topkolonne von den Leichtsiedern getrennt wird, die Leichtsieder (Kondensat) auf Prozeßdruck komprimiert, auf Reaktionstemperatur erhitzt und dem Einsatz für die Gasphasereaktoren zugegeben wird.

- 3 -

- 7.) Verfahren nach Anspruch 1, dadurch gekennzeichnet, daß die Zwischenabscheidertemperaturen unter der Reaktionstemperatur der Gasphasereaktoren liegen die flüssige Phase - ggf. unter Strippen - in der Entspannungsverdampfung in eine leichtersiedende Dampfphase und eine schwersiedende Sumpfphase (Lösungsmittel) getrennt wird, die leichtersiedende Dampfphase auskondensiert wird, in einer anschließenden Destillation in eine leichtsiedende Fraktion (weiterer Lösungsmittelanteil) aufgetrennt wird und die leichtsiedende Fraktion verdichtet, erhitzt und den Gasphasereaktoren zugeführt wird.
- 8.) Verfahren nach Anspruch 6 und 7, dadurch gekennzeichnet, daß zur Erzeugung einer Zweiphasenströmung in der Fraktionierkolonne bzw. Topkolonne außer dem Leichtöl noch mittelsiedende Fraktionen abgezogen und dem Einsatz für die Gasphasereaktoren zugeschlagen werden.

1/5



2/5

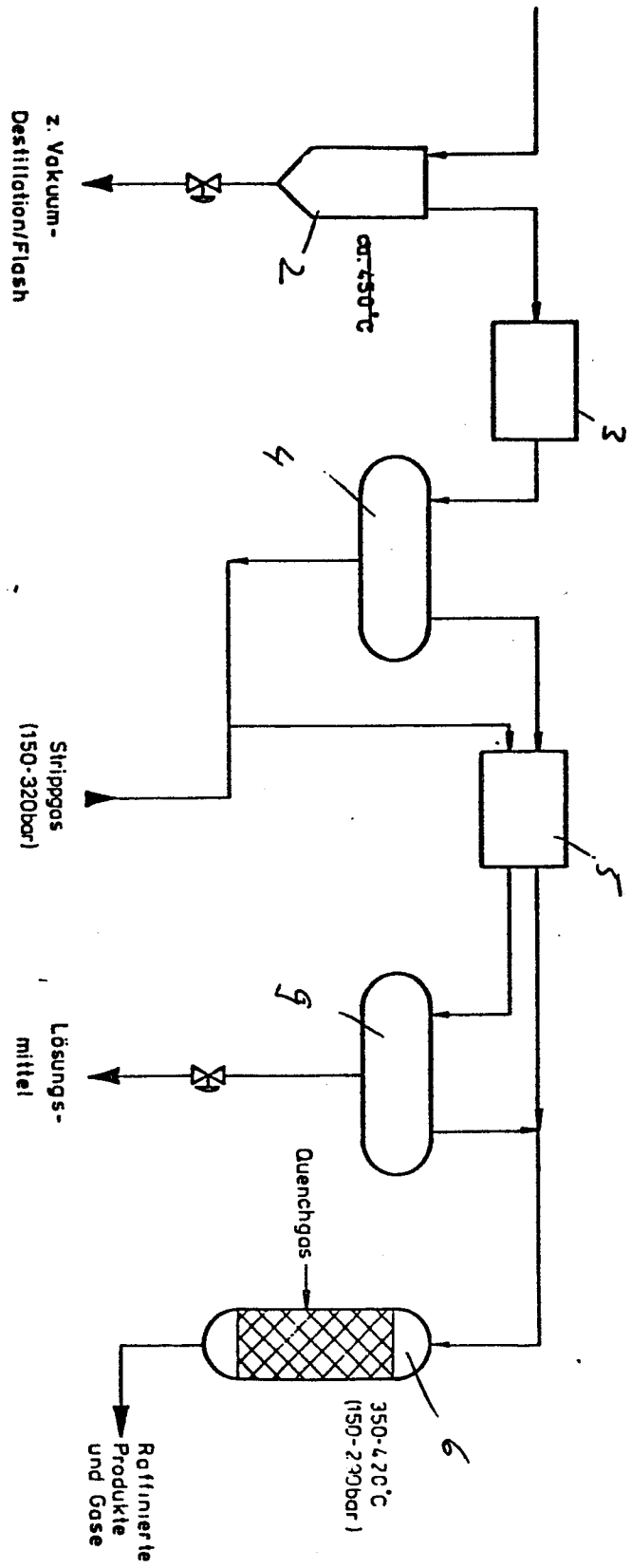


Fig. 2

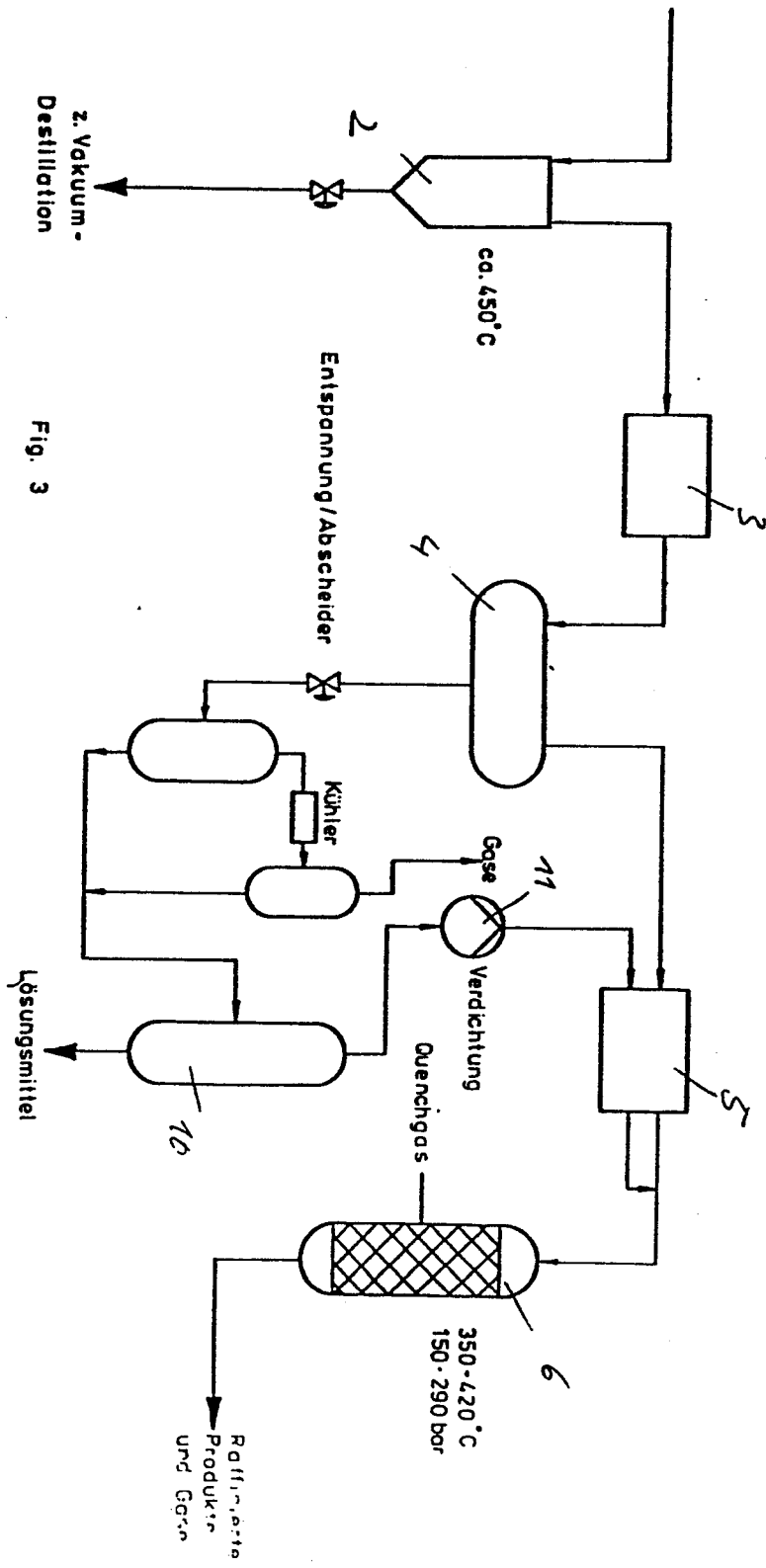


Fig. 3

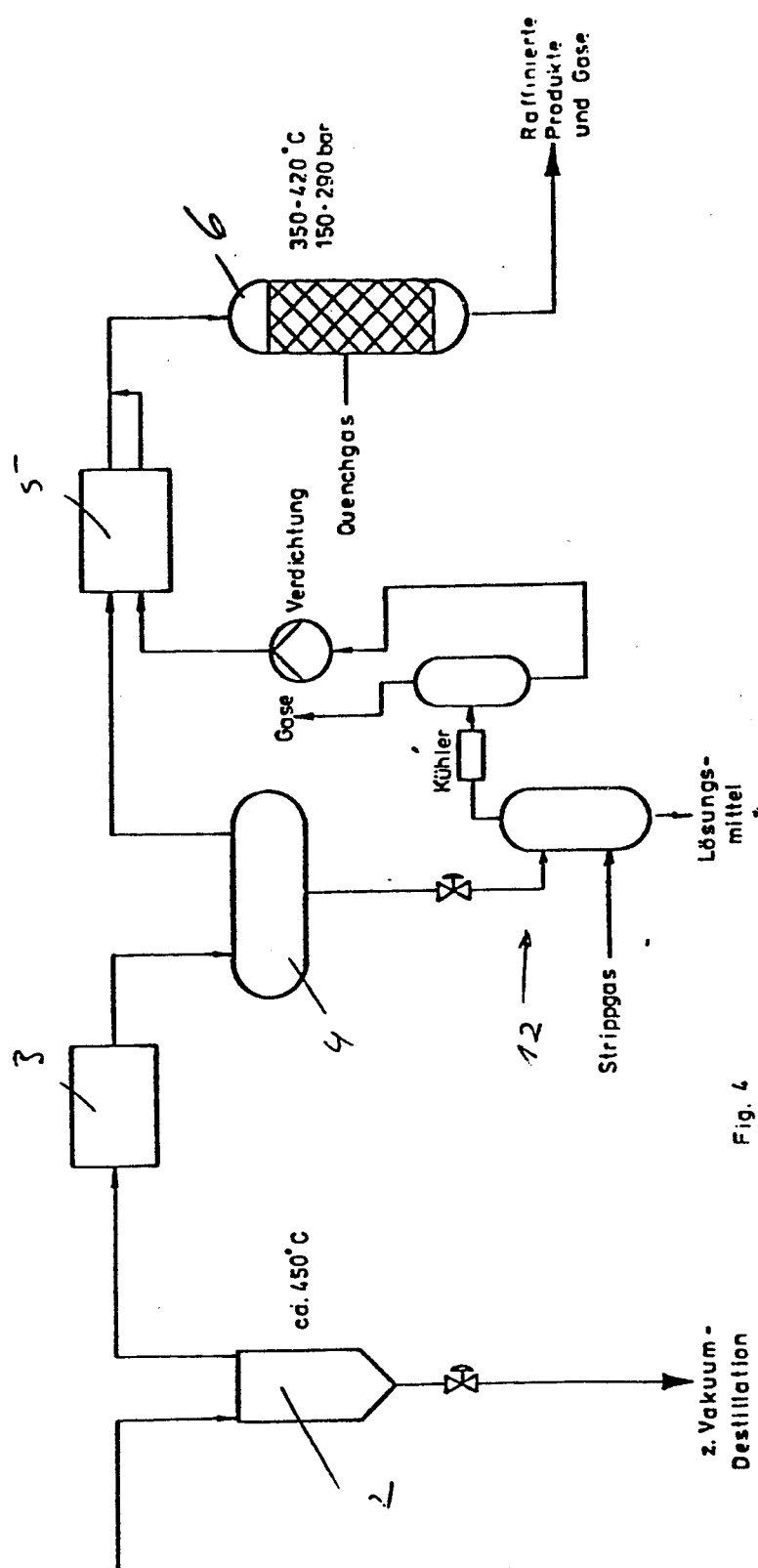


Fig. 4

