

⑫

EUROPÄISCHE PATENTANMELDUNG

⑪ Anmeldenummer: 85102238.4

⑤ Int. Cl.⁴: **C 10 G 61/00**

⑫ Anmeldetag: 28.02.85

③ Priorität: 30.05.84 DE 3420197

④ Veröffentlichungstag der Anmeldung:
08.01.86 Patentblatt 86/2

⑤ Benannte Vertragsstaaten:
BE DE FR GB NL

⑦ Anmelder: Ruhrkohle Aktiengesellschaft
Rellinghauser Strasse 1
D-4300 Essen 1(DE)

⑦ Erfinder: Wolowski, Eckard, Dr.-Ing.
Kettwiger Strasse 11
D-4330 Mülheim(DE)

⑦ Erfinder: Dohms, Klaus-Dieter, Dr.-Ing.
Hatzperstrasse 211
D-4300 Essen 1(DE)

⑤ Verfahren zur Herstellung eines Dieselmotortreibstoffes aus Kohlemittelöl.

⑤ Bei einem Verfahren zur Herstellung eines Dieselmotortreibstoffes, bei dem ein kohlestämmiges Mittelöl als Vorprodukt für die nachfolgende Weiterbehandlung in einer Raffinations- und Hydrocrackstufe unter Gewinnung des Dieselmotortreibstoffes gewonnen wird durch

a) hydrierende Kohleverflüssigung in Anwesenheit von prozeßstämmigem Anreiböl (Anmaischöl), wasserstoffhaltigem Kreislaufgas und feinteiligem Katalysator (Sumpphase),

b) Abtrennen der nicht verflüssigten Feststoffe aus der Sumpphase in einem Heißabscheider bei etwa den gleichen Temperaturen und Drücken wie im Verflüssigungsreaktor,

c) Kondensieren des dampfförmigen Kopfproduktes des Heißabscheiders in einem Zwischen- und einem Kaltabscheider unter gleichzeitiger Rückgewinnung des Kreislaufgases, wird – bei gleichbleibender Gesamtölausbeute aus der Kohle – der Mittelölanteil und insbesondere der als Dieselmotortreibstoff verwendbare Anteil des Mittelöls dadurch erhöht, daß

d) das Kondensat aus dem Zwischen- und aus dem Kaltabscheider einer unter atmosphärischem Druck arbeitenden Destillationskolonne zugeführt und dort in die vier Siedeschritte

Schnitt I unter 180 °C siedend,
Schnitt II zwischen 180 und 250 °C siedend,
Schnitt III zwischen 250 und 350 °C siedend und
Schnitt IV über 350 °C siedend

zerlegt wird sowie

e) die Schnitte II und IV als Anreiböl, der Schnitt I als weiterzuverarbeitendes Kohleleichtöl und der Schnitt III als Vorprodukt für die nachfolgende Weiterbehandlung unter Gewinnung des Dieselmotortreibstoffes verwendet werden.

- 1 -

B e s c h r e i b u n g:

Verfahren zur Herstellung eines Dieselkraftstoffes aus
Kohlemittelöl

Die Erfindung betrifft ein Verfahren zur Herstellung eines Dieselkraftstoffes, bei dem ein kohlestämmiges Mittelöl als Vorprodukt für die nachfolgende Weiterbehandlung in einer Raffinations- und Hydrocrackstufe unter Gewinnung
5 eines Dieselkraftstoffes gewonnen wird durch

- a) hydrierende Kohleverflüssigung in Anwesenheit von prozeßstämmigem Anreiböl (Anmaischöl), wasserstoffhaltigem Kreislaufgas und feinteiligem Katalysator (Sumpfphase),
- 10 b) Abtrennen der nicht verflüssigten Feststoffe aus der Sumpfphase in einem Heißabscheider bei etwa den gleichen Temperaturen und Drücken wie im Verflüssigungsreaktor,
- 15 c) Kondensieren des dampfförmigen Kopfproduktes des Heißabscheiders in einem Zwischen- und einem Kaltabscheider unter gleichzeitiger Rückgewinnung des Kreislaufgases.

Bei dieser bekannten Vorgehensweise wird ein unterhalb 200 °C siedendes Leichtöl und ein zwischen 200 und 325 °C
20 siedendes Mittelöl (als Vorprodukt) sowie das Anreiböl

gewonnen. Die Nachteile dieser Vorgehensweise bestehen darin, daß nur 65 bis 70 % der gesamten Ölausbeute aus der Kohle aus Mittelöl bestehen, und daß bei der Weiterverarbeitung dieses Mittelöls zu einem Dieselkraftstoff
5 wesentliche Anteile, nämlich 60 bis 65 %, an unter 185 °C siedenden Produkten entstehen, die für den Einsatz in Dieselmotoren nicht mehr geeignet sind.

Davon ausgehend liegt der Erfindung die A u f g a b e zugrunde, bei gleichbleibender Gesamtölausbeute der Kohle
10 (etwa 50 %, bezogen auf wasser- und aschefreie Kohle) den Mittelölanteil zu erhöhen und insbesondere den als Dieselkraftstoff verwendbaren Anteil des Mittelöls gleichzeitig zu erhöhen.

Als technische L ö s u n g werden für ein Verfahren der
15 eingangs genannten Art folgende Maßnahmen vorgeschlagen:

d) das Kondensat wird aus dem Zwischen- und aus dem Kaltabscheider einer unter atmosphärischem Druck arbeitenden Destillationskolonne zugeführt und dort in die vier Siedeschritte:

20	Schnitt I	unter 180 °C	siedend,
	Schnitt II	zwischen 180 und 250°C	siedend,
	Schnitt III	zwischen 250 und 350°C	siedend und
	Schnitt IV	über 350 °C	siedend

zerlegt und

25 e) die Schnitte II und IV werden als Anreiböl, der Schnitt I als weiterzuverarbeitendes Kohleleichtöl und der Schnitt III als das Vorprodukt für die nachfolgende Weiterbehandlung unter Gewinnung des Dieselkraftstoffes verwendet.

Die Erfindung basiert demnach auf dem Grundgedanken, die Siedelage des aus dem Zwischenabscheider und dem Kaltabscheider gewonnenen Mittelöls im Vergleich zum Stand der Technik anzuheben, die Siedelage des gleichzeitig gewonnenen Leichtöls zu senken sowie die durch diesen Schritt geschaffene Zwischenfraktion (Schnitt II) zusammen mit der höchstsiedenden Fraktion als wichtige Komponente des Anreiböls dem Hydrierprozeß der Kohle wieder zuzuführen.

Durch die erfindungsgemäße Verfahrensweise werden folgende
10 Vorteile überraschend erzielt:

- 15 - Der Anteil des so gewonnenen Mittelöls wird ohne Veränderung der Gesamtölausbeute aus der Kohle größer und beträgt nunmehr etwa 80 bis 85 % der Gesamtölausbeute; entsprechend geringer wird der Anteil an Leichtöl (15 bis 20 %);
- die Ausbeute an Dieselöl aus dem erfindungsgemäßen Mittelöl erhöht sich auf 50 bis 55 %;
- 20 - durch Verwendung des neu geschaffenen Siedeschnitts II als wesentlicher Bestandteil des Anreiböls verbessert sich die Gesamtölausbeute um ca. 2 bis 3 %
 - bezogen auf die wasser- und aschefreie Kohle - , d.h. daß sich die Gesamtölausbeute gegenüber den bisher erreichten Ergebnissen um 4 bis 6 % erhöht;
- 25 - in der nachfolgenden Raffinationsstufe werden etwa 5 bis 10 % weniger Wasserstoff verbraucht;
- die Prozeßführung der nachfolgenden Raffinationsstufe wird insofern begünstigt, als die Wasserbildung

und die Katalysatordeaktivierung geringer als bei der bekannten Verfahrensweise ist.

Zweckmäßige Ausgestaltungen des Erfindungsgegenstandes, die insbesondere eine Ausbeuteverbesserung an zu Diesel-
5 kraftstoff weiterverarbeitbarem Mittelöl sowie eine Ergänzung des dem Hydrierprozeß zurückgeführten Anreiböls gewährleisten, sind in weiteren Ansprüchen enthalten.

Die vorgenannten, erfindungsgemäß einzusetzenden Verfahrensschritte unterliegen in ihren Druck-, Temperatur-
10 und anderen Parametern keinen besonderen Ausnahmebedingungen, so daß die in dem betreffenden Anwendungsgebiet bekannten Auswahlkriterien uneingeschränkt Anwendung finden können.

Weitere Einzelheiten, Vorteile und Merkmale des Gegenstandes der Erfindung ergeben sich aus der nachfolgenden Beschreibung eines
15 A u s f ü h r u n g s b e i s p i e l e s anhand des beigelegten Verfahrensschemas:

Der Produktstrom 1 aus dem Kohlehydrierreaktor HR wird im Heißabscheider HA in einen Kopfstrom 2 und einen Stumpfstrom 3 aufgetrennt. Der Sumpfstrom 3 wird in einer Vakuum-
20 destillationsanlage (Vakuumflash) VD in einen Vakuumrückstandsstrom 4, bestehend aus Kohle, Asche, Katalysator, Asphalten und hochsiedenden Ölen, und in einen Kopfstrom 5, bestehend aus zwischen 200 und 450 °C siedenden Destillatöl aufgetrennt, welches letzteres dem Anreiböl (Lösungsmittel)
25 für die Kohle zugesetzt wird.

Der Kopfstrom 2 des Heißabscheiders HA wird nach Kühlung auf etwa 250 bis 300 °C in einem Zwischenabscheider ZA partiell kondensiert. Das Kondensat wird als Strom 6 einer

unter atmosphärischem Druck arbeitenden Destillationskolonne AD zugeführt. Der Kopfstrom 7 wird nach Kühlung auf etwa 20 bis 40 °C in einem Kaltabscheider KA kondensiert. Das Kondensat wird als Strom 8 nach Entwässerung
 5 gemeinsam mit dem Strom 6 als Strom 9 der unter atmosphärischem Druck arbeitenden Destillationskolonne AD zugeführt. Der Kopfstrom 10 des Kaltabscheiders KA wird als Kreislaufgas einer Hochdruckwäsche und anschließend wieder dem Hydrierreaktor HR zugeführt.

10 Der Strom 9 wird in der unter atmosphärischem Druck arbeitenden Destillationskolonne AD in die Siedefractionen

	<	180 °C = Strom 11
180	-	250 °C = Strom 12
250	-	350 °C = Strom 13
15	>	350 °C = Strom 14

zerlegt.

Die Ströme 12 und 14 werden mit dem Strom 5 als das gesamte benötigte Anreiböl (Strom 15) wieder dem Hydrierprozeß zugeführt.

Die Temperaturen im Hydrierreaktor HR betragen etwa 450 bis
 20 500 °C und die Drücke im Hydrierreaktor, Heißabscheider, Zwischenabscheider sowie Kaltabscheider liegen bevorzugt zwischen 150 und 350 bar.

Beispiel:

In einer im Zusammenhang mit dem Verfahrensschema beschriebenen Anlage wurde folgender Versuch gefahren:

Aus 22.458 kg Reaktionsprodukt des Hydrierreaktors (Strom 1) ergibt sich im Heißabscheider HA, welcher üblicherweise zwischen 400 und 480 °C betrieben wird, bei einer Temperatur von 450 °C folgende Aufteilung:

- 5 Über Kopf fallen als Strom 2 16.491 kg Kohlenwasserstoffgas und bis 450 °C siedende Destillatöle an, die im Zwischenabscheider bei einer Temperatur von 250 bis 300 °C partiell kondensiert werden. Das Kondensat (4.396 kg Strom 6) besteht überwiegend aus Mittel- und Schweröl mit geringen Anteilen an Leichtöl (5 %). Das Kopfprodukt (12.095 kg Strom 7) besteht aus 9.075 kg C_1 - C_4 -Kohlenwasserstoffgasen sowie H_2S und NH_3 , die als Strom 10 im Kaltabscheider bei einer Temperatur von ca. 20 °C als Kopfprodukt abgeführt werden, während gleichzeitig als Kondensat (Strom 8) 2.727 kg
- 10
- 15 Leicht- und Mittelöl sowie 293 kg Wasser aus dem Kaltabscheider abgeführt werden.

- Die Ströme 6 aus dem Zwischenabscheider ZA und 8 aus dem Kaltabscheider KA werden zusammengeführt (7.123 kg Strom 9) und unter Normaldruck in der Destillationskolonne AD zerlegt. Dabei entstehen als Strom 11 548 kg Leichtöl (unter 180 °C siedend), als Strom 12 1.100 kg Anreiböl (zwischen 180 und 250 °C siedend), als Strom 13 2.202 kg Mittelöl (zwischen 250 und 350 °C siedend) sowie als Strom 14 3.273 kg (über 350 °C siedend).
- 20

- 25 Als Strom 3 fallen im Heißabscheider 5.967 kg nicht verflüssigten Sumpfproduktes an, welches in der Vakuumdestillationsanlage VD in 2.090 kg Vakuumrückstand (Strom 4) und 3.877 kg Kopfprodukt (Strom 5) zerlegt wird, welches letzteres als Bestandteil des insgesamt 8.250 kg umfassenden Stromes
- 30 15 mit als Anreiböl dient. Die Fahrweise der Vakuumdestil-

lationsanlage kann dahingehend geändert werden, daß statt des Stromes 5 ein Kopfstrom 5a und an einem Mittelabzug ein Strom 16 (außer dem Strom 4) abgeführt werden. Das am Mittelabzug als Strom 16 abgeführte Destillatöl siedet
5 bevorzugt über 350 °C und wird ausschließlich mit als Anreib-
öl verwendet. Gleichzeitig liegt der Siedebereich des Kopf-
produktes der Vakuumdestillationsanlage (Strom 5a) zwischen
180 und 350 °C; er wird dem Eingangsstrom 9 der unter atmos-
phärischem Druck arbeitenden Destillationskolonne AD noch
10 hinzugefügt.

Bei dieser Verfahrensweise werden die weiter oben erwähnten Mittelölanteile und Dieselkraftstoffausbeuten erzielt, wobei
die Weiterbehandlung des als Vorprodukt verwendeten Mittelöls in einer Raffinations- und Hydrocrackstufe unter
15 Gewinnung des Dieselkraftstoffes in an sich bekannter Weise erfolgt.

P a t e n t a n s p r ü c h e

1. Verfahren zur Herstellung eines Dieselkraftstoffes,
bei dem ein kohlestämmiges Mittelöl als Vorprodukt für
die nachfolgende Weiterbehandlung in einer Raffinations-
und Hydrocrackstufe unter Gewinnung des Dieselkraftstoffes
5 gewonnen wird durch

- a) hydrierende Kohleverflüssigung in Anwesenheit von
prozeßstämmigem Anreiböl (Anmaischöl), wasserstoff-
haltigem Kreislaufgas und feinteiligem Katalysator
(Sumpfphase),
- 10 b) Abtrennen der nicht verflüssigten Feststoffe aus
der Sumpfphase in einem Heißabscheider bei etwa
den gleichen Temperaturen und Drücken wie im
Verflüssigungsreaktor,
- 15 c) Kondensieren des dampfförmigen Kopfproduktes des
Heißabscheiders in einem Zwischen- und einem Kalt-
abscheider unter gleichzeitiger Rückgewinnung des
Kreislaufgases,

d a d u r c h g e k e n n z e i c h n e t , daß

- . d) das Kondensat aus dem Zwischen- und aus dem Kalt-
- .
- .

abscheider einer unter atmosphärischem Druck arbeitenden Destillationskolonne zugeführt und dort in die vier Siedeschritte

5 Schnitt I unter 180 °C siedend,
 Schnitt II zwischen 180 und 250 °C siedend,
 Schnitt III zwischen 250 und 350 °C siedend und
 Schnitt IV über 350 °C siedend

zerlegt wird,

10 e) die Schnitte II und IV als Anreiböl, der Schnitt
 I als weiterzuverarbeitendes Kohleleichtöl und
 der Schnitt III als das Vorprodukt für die nach-
 folgende Weiterbehandlung unter Gewinnung des
 Dieselkraftstoffes verwendet werden.

15 2. Verfahren nach Anspruch 1, dadurch gekennzeichnet, daß
 die in dem Heißabscheider anfallenden flüssigen und
 festen Sumpfprodukte nachfolgend in einer Vakuumdestil-
 lationsanlage unter Gewinnung weiteren Anreiböls be-
 handelt werden.

20 3. Verfahren nach Anspruch 2, dadurch gekennzeichnet, daß
 in der Vakuumdestillationsanlage ein unterhalb 350 °C,
 vorzugsweise zwischen 180 und 350 °C, siedendes Kopf-
 produkt gewonnen und gemeinsam mit dem Kondensat aus
 dem Zwischen- und dem Kaltabscheider, der unter atmos-
 phärischem Druck arbeitenden Destillationskolonne
25 zugeführt wird.

4. Verfahren nach Anspruch 2 oder 3, dadurch gekennzeichnet,
daß in der Vakuumdestillationsanlage ein oberhalb
350 °C siedendes Mittelprodukt gewonnen und als das
weitere Anreiböl verwendet wird.

