



EUROPÄISCHE PATENTANMELDUNG

Anmeldenummer: 85107962.4

Int. Cl. 4: **C 10 G 1/00**

Anmeldetag: 27.06.85

Priorität: 13.09.84 DE 3433625

Anmelder: **RUHRKOHLE AKTIENGESELLSCHAFT,**
Rellinghauser Strasse 1 Postfach 10 32 62,
D-4300 Essen 1 (DE)

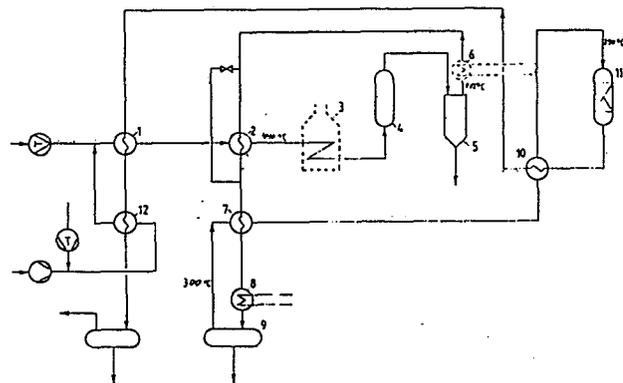
Veröffentlichungstag der Anmeldung: 16.04.86
Patentblatt 86/16

Erfinder: **Wolowski, Eckard, Dr., Kettwiger Strasse 11,**
D-4330 Mülheim-Ruhr (DE)
Erfinder: **Mirtsch, Frank, Dr., Prosper Strasse 101,**
D-4250 Bottrop (DE)

Benannte Vertragsstaaten: **BE DE FR GB NL**

Verfahren zur Prozesseinstellung mit Wärmerückgewinnung für die Sumpffphasehydrierung mit integrierter Gasphasehydrierung.

Nach der Erfindung werden prozeßrelevante Prozeßparameter für die Sumpffphasehydrierung mit integrierter Gasphasehydrierung bei wirtschaftlicher Wärmerückgewinnung des Gesamtsystems dadurch eingestellt, daß trotz zunehmender Verschmutzung der Maische-Wärmeaustauscher und zunehmender Desaktivierung des Gasphase-Katalysators die prozeßrelevanten Temperaturen des Zwischenabscheiders und des Gasphasereaktors mittels Kopfkühler nach der Sumpffphasehydrierung und Kopfkühler vor dem Zwischenabscheider definiert eingestellt werden sowie die Abwärme der Sumpffphaseprodukte über eine Aufheizung der Gasphase-Einsatzstoffe teilweise zurückgewonnen und der Maischeaufheizung wieder zugeführt wird.



EP 0 177 676 A2

Verfahren zur Prozeßeinstellung und Wärmerückgewinnung für die
Sumpphasehydrierung mit integrierter Gasphasehydrierung

Die Erfindung betrifft die Prozeßeinstellung des kombinierten Sumpfphase-/Gasphase-Hydrierprozesses sowie die Wärmerückgewinnung der bei der Abkühlung und Kondensation der Produktströme aus der Sumpfphase- und Gasphasehydrierung nutzbaren Abwärme, welche zweckmäßig zum Auf-
5 heizen der beiden Einsatzstoffe des Sumpf- bzw. Gasphasereaktors verwendet wird.

Bei einer derartigen Wärmerückgewinnung müssen die relevanten Prozeßparameter der Sumpfphasehydrierung mit integriertem Gasphasereaktor berücksichtigt werden.

10 Zur Erhöhung der Wirtschaftlichkeit einer Hydrieranlage sind nach dem älteren Vorschlag die Sumpfphasehydrierung und die Gasphasehydrierung in einem gemeinsamen Hochdruckkreislauf angeordnet.

Hierbei wird das Lösungsmittel zweckmäßig größtenteils im Sumpf eines Zwischenabscheiders hinter der Sumpfphase-
15 hydrierung abgezogen, so daß hauptsächlich nur die Nettoprodukte aus der Sumpfphasehydrierung (mit leichter und mittlerer Siedelage) über den nachgeschalteten Gasphasereaktor gefahren werden. Diese gewünschte Mengenaufspaltung der Sumpfphaseprodukte in Lösungsmittelanteil (flüssig) einerseits und Einsatzmenge für die Gasphasehydrierung
20 (dampfförmig) andererseits erfolgt über eine definierte Temperatureinstellung im Zwischenabscheider hinter der Sumpfphasehydrierung.

Diese Temperatureinstellung wird nun dadurch erschwert, daß der Maische-Wärmeaustauscher zur Maischeaufheizung durch indirekten Wärmeaustausch mittels abkühlender Sumpfphase-Gase/ Dämpfe mit fortschreitender Betriebszeit inkrustiert. Infolge der veränderlichen Wärmeübertragungsleistung des Maische-Wärmeaustauschers ist eine zusätzliche Kühlung erforderlich, um die erforderliche Temperatur und somit die gewünschte Mengenaufteilung im Zwischenabscheider zu erreichen. Auch ist bekannt, daß die Inkrustierung der Maischevorwärmer mit steigender Maischetemperatur zunimmt. Deshalb muß die Maischeaustrittstemperatur des Maische-Wärmeaustauschers nach oben hin begrenzt werden.

Für die Sumpfphasehydrierung mit integriertem Gasphasenreaktor ist weiterhin zu berücksichtigen, daß mit zunehmender Desaktivierung des Gasphase-Katalysators die Temperatur der Gasphase-Einsatzstoffe angehoben werden muß (z. B. von 390 °C auf 430 °C). Schließlich soll die Anlage zügig - möglichst ohne zusätzliche Aufheizkapazitäten - anfahrbar sein.

Der Erfindung liegt die Aufgabe zugrunde, trotz veränderlicher Wärmeleistung des Maische-Wärmeaustauschers eine Einstellung der gewünschten Temperaturen für die Maische, den Zwischenabscheider und die Gasphase-Einsatzstoffe zu gewährleisten sowie eine wirtschaftliche Wärmerückgewinnung der Hydrierprodukte zu erreichen. Weiterhin soll das Anfahren der Anlage keinen zusätzlichen Aufheizofen für die Gasphasehydrierung erfordern.

Diese Aufgabe wird erfindungsgemäß dadurch gelöst, daß trotz veränderlicher Wärmeübertragungsleistung der Maische-Wärmeaustauscher (infolge fortschreitender Inkrustierung) und veränderlicher Gasphasereaktorparameter (infolge fortschreitender Katalysatordeaktivierung), die
5 jeweils erforderlichen Prozeßtemperaturen für den Zwischenabscheider und den Gasphasereaktor mit Hilfe eines Kopfkühlers hinter der Sumpphasehydrierung und eines Kopfkühlers vor dem Zwischenabscheider eingestellt werden. Der Kopfkühler hinter der Sumpphasehydrierung dient gleichzeitig zum Anfahren der Gasphasehydrierung sowie zur Begrenzung
10 der max. Maischeaustrittstemperatur des Maische-Wärmeaustauschers (ggf. mit Bypass).

Mit zunehmender Laufzeit muß die Temperatur der Gasphase-Einsatzstoffe allmählich angehoben werden. Dies erfolgt - ohne zusätzlichen Aufheizofen - erfindungsgemäß dadurch, daß mit fortschreitender Inkrustierung des Maische-Wärmeaustauschers auch das Temperaturniveau des
15 Kopfkühlers vor dem Zwischenabscheider angehoben wird. Gleichzeitig wird hierdurch - bei zunehmender Verringerung der Wärmeübertragungsleistung des Maische-Wärmeaustauschers - die anfallende Abwärme aus der Sumpphasehydrierung über den Weg der Gasphasehydrierung auf die
20 vorgeschaltete Maischevorwärmung der Sumpphasehydrierung übertragen und damit wirtschaftlich genutzt.

Die Einstellung der gewünschten Temperatur im Zwischenabscheider erfolgt mittels Schlußkühler, in welchem zweckmäßig Dampf erzeugt oder Hydriergas vorgewärmt wird.

- 5 Mit dem Kopfkühler hinter der Sumpfphasehydrierung kann zusätzlich das Temperaturniveau der in den Maische-Wärmeaustauscher eintretenden Sumpfphase-Gase/Dämpfe reduziert werden. Hierdurch verringert sich die sonst übliche schnelle Inkrustierung von sauberen Rohren des Maische-Wärmeaustauschers, da die max. auftretende Maischetemperatur (bei gleicher gemittelter Maischeaustrittstemperatur) gesenkt wird.
- 10 Mittels Kopfkühler (incl. Bypass) hinter der Sumpfphasehydrierung kann die gewünschte Temperatur der Einsatzstoffe der Gasphasehydrierung eingestellt werden.

- 15 Der Bypass um den Maische-Wärmeaustauscher dient zur Begrenzung der max. Maischeaustrittstemperatur des Maische-Wärmeaustauschers (speziell im sauberen Zustand der Wärmeaustauscher-Rohre).

Mit dem o.g. Verfahren können somit alle prozeßrelevanten Temperaturen - auch bei zeitlich unabhängig fortschreitender Verschmutzung der Maische-Wärmeaustauscher sowie Desaktivierung des Gasphase-Katalysators - eingestellt werden.

Der Anfahrvorgang erfolgt zügig durch Aufheizung der Gasphase-Einsatzstoffe mittels Kopfkühler hinter der Sumpfphasehydrierung. An zwei Beispielen wird das Verfahren näher erläutert:

5 In der Zeichnung sind zwei Ausführungsbeispiele der Erfindung dargestellt.

Anhand von Fig. 1 wird ein Betriebsfall nach kurzer Laufzeit - d. h. nur geringe Inkrustierung der Maische-Wärmeaustauscher 1 und 2 sowie frischer Katalysator des Gasphase-Reaktors 11 - beschrieben.

10 Die gas- und dampfförmigen Produkte aus dem Sumpfphase-Reaktor 4 werden mittels Maische-Wärmeaustauscher 2 durch indirekten Wärmeaustausch teilweise abgekühlt, wobei auf der Aufheizseite das Maische-Hydriergasgemisch auf Anspringtemperatur der Sumpfphasehydrierung von ca. 440 °C aufgeheizt wird. Zwecks Einstellung der prozeßtechnisch vorgegebenen Temperatur von ca. 300 °C im
15 Zwischenabscheider 9 werden die Sumpfphaseprodukte durch indirekten Wärmeaustausch in dem Kopfkühler 7 und in dem Schlußkühler 8 weiter abgekühlt. Im Zwischenabscheider 9 werden die Produkte aus der Sumpfphasehydrierung in den Lösungsmittelanteil (flüssig) und in den Feedstrom für die Gasphasehydrierung
20 (Gase/Dämpfe) aufgeteilt. Letzterer wird im Kopfkühler 7 und dann im indirekten Wärmeaustauscher 10 auf Gasphase-Reaktionstemperatur von ca. 390 °C aufgeheizt.

Die gasphase-Produkte werden durch indirekten Wärmeaustausch im Maische-Wärmeaustauscher 1 teilweise abgekühlt,

wodurch das Maische-Hydriergasgemisch vorgewärmt wird. Im indirekten Wärmeaustauscher 12 wird durch weitere Abkühlung der Gasphase-Produkte das Hydriergas vorgewärmt.

Im stationären Betriebsfall ist der Gesamtprozeß wärmeautark.

5 Der Maische-Aufheizofen 3 dient nur als Anfahrofen.

Die Abwärme des Wärmeaustauschers 8 wird vorzugsweise zur Erzeugung von MD-Dampf oder zur Hydriergasvorwärmung verwendet.

10 Mittels Kopfkühler 6 können die gas- und dampfförmigen Produkte aus dem Heißabscheider 5 vor Eintritt in den Maischevorwärmer 2 etwas abgekühlt werden. Auf diese Weise wird die Inkrustierung im Maische-Wärmeaustauscher reduziert.

15 Anhand von Fig. 2 wird ein Betriebsfall nach langer Laufzeit - d. h. starke Inkrustierung der Maische-Wärmeaustauscher 1 und 2 und deaktivierter Katalysator des Gasphase-Reaktors 11 - beschrieben.

Infolge verminderter Wärmeübertragungsleistung des Maische-Wärmeaustauschers 2 wird die Feedtemperatur hinter dem Kopfkühler 7 gegenüber Beispiel 1 um ca. 20 °C angehoben. Die Gasphase-Eintrittstemperatur steigt auf ca. 425 °C an.

- 2 -
|
P a t e n t a n s p r ü c h e

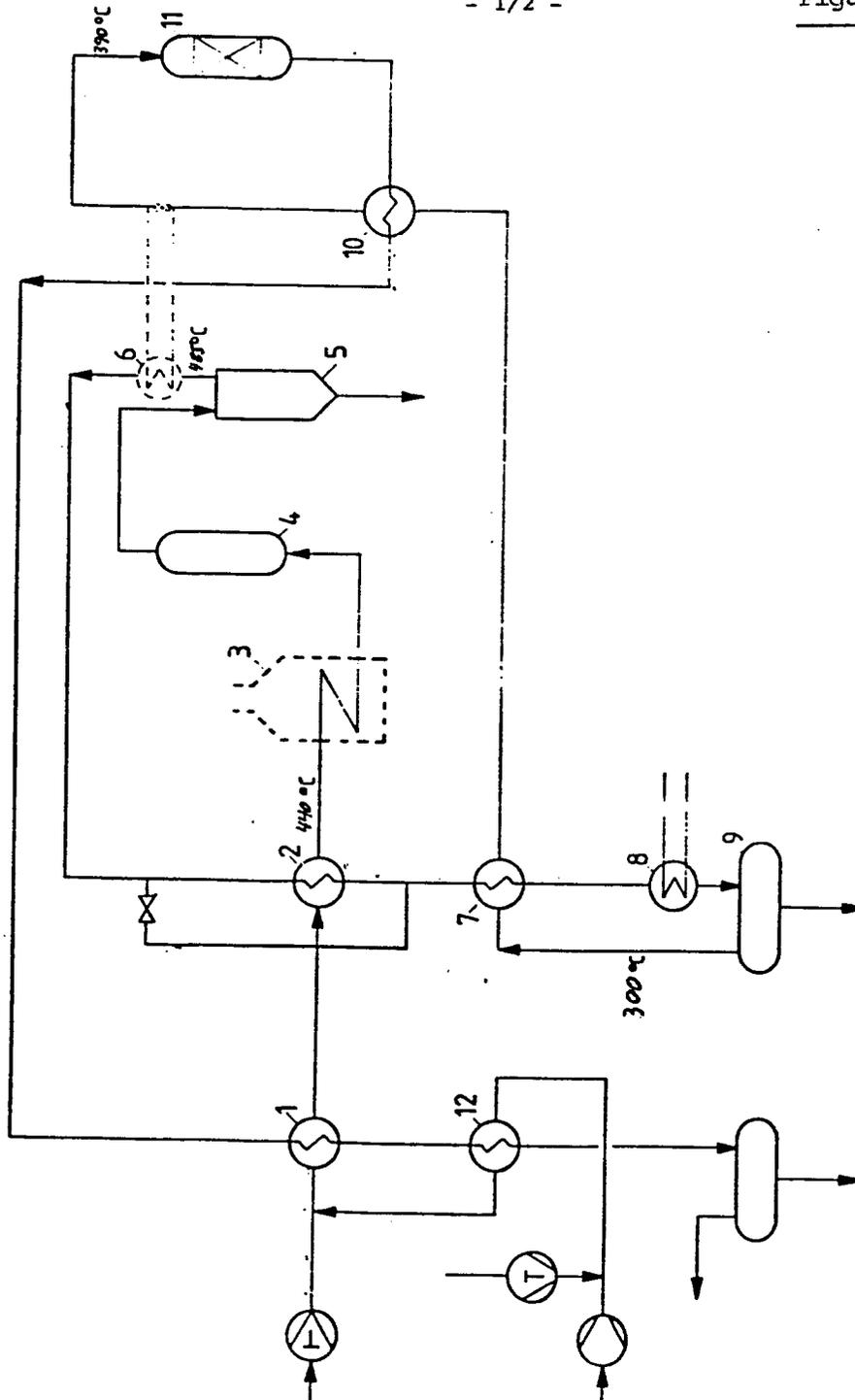
- 1.) Verfahren zur Sumpffphasehydrierung mit integrierter Gasphasehydrierung, mit definierter Temperatureinstellung im Zwischenabscheider und im Gasphasereaktor bei wirtschaftlicher Wärmerückgewinnung, d a d u r c h g e k e n n z e i c h n e t ,
5 daß zwecks definierter Temperatureinstellung im Zwischenabscheider und im Gasphasereaktor ein Kopfkühler hinter der Sumpffphasehydrierung und ein Kopfkühler vor dem Zwischenabscheider verwendet wird, wodurch gleichzeitig Abwärme der Sumpffphaseprodukte zum Aufheizen der Gasphase-Einsatzstoffe
10 auf nahezu Anspringtemperatur verwendet wird, die Abwärme der Gasphaseprodukte auf hohem Temperaturniveau der Maischeaufheizung der Sumpffphasehydrierung zugeführt wird und die gewünschte Maischeaustrittstemperatur des Maische-Wärmeaustauschers durch den Kopfkühler hinter der Sumpffphasehydrierung
15 und einen Bypaß um den Maische-Wärmeaustauscher eingestellt 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 zwecks definierter Temperatureinstellung (Zwischenabscheider) in einem dem Maische-Wärmeaustauscher
20 nachgeschalteten Kopfkühler die Abwärme der Sumpffphaseprodukte teilweise zum Aufheizen der Einsatzstoffe der Gasphasehydrierung genutzt wird, so daß die Abwärme der Gasphaseprodukte mit hohem Temperaturniveau für die Maischevorwärmung der Sumpffphasehydrierung wirtschaftlich genutzt werden kann. Hierdurch wird
25 gleichzeitig bei fortschreitender Verschmutzung der Maische-Wärmeaustauscher sowie Desaktivierung des Gasphasekatalysators die Temperatur der Gasphase-Eintrittsstoffe angehoben.

- 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 mittels Kopfkühler hinter der Sumpf-
phasehydrierung Abwärme der Sumpfphaseprodukte zur Auf-
heizung von Einsatzstoffen der Gasphasehydrierung verwen-
5 det wird, um einerseits die Gasphasehydrierung anzufahren
und andererseits die gewünschte Eintrittstemperatur der
Gasphase-Einsatzstoffe einzustellen.
- 4.) 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 zur Einstellung der Maischeaus-
10 trittstemperatur des Maische-Wärmeaustauschers ein Kopf-
kühler hinter der Sumpfphasehydrierung sowie ein Bypass
um den Maische-Vorwärmer verwendet werden.
- 5.) 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 zwecks Einstellung der definierten
15 Zwischenabscheidertemperatur ein Schlußkühler verwendet
wird, in welchem Dampf erzeugt oder Hydriergas vorgewärmt
wird.

0177676

- 1/2 -

Figur 1



0:177676

Figur 2

- 2/2 -

