

(12) **EUROPÄISCHE PATENTANMELDUNG**

(21) Anmeldenummer: **86117454.8**

(51) Int. Cl.4: **C10G 1/00**

(22) Anmeldetag: **16.12.86**

(30) Priorität: **08.02.86 DE 3603971**

(43) Veröffentlichungstag der Anmeldung:
26.08.87 Patentblatt 87/35

(84) Benannte Vertragsstaaten:
BE DE FR GB NL

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

(72) Erfinder: **Bohlander, Friedhelm**
Schmetzberg 3a
D-4235 Schermbeck/Gahlen(DE)
Erfinder: **Vössing, Karl-Heinz**
Breslauer Strasse 1
D-4353 Oer-Erkenschwick(DE)
Erfinder: **Klein, Wolfdieter**
Königsberger Strasse 13
D-4350 Recklinghausen(DE)
Erfinder: **Mirtsch, Frank, Dr.**
Prosperstrasse 101
D-4250 Bottrop(DE)

(54) **Verfahren zum Betreiben eines Heissabscheiders und zugehörige Vorrichtung.**

(57) Bei diesem Verfahren zum Betreiben eines den Sumpfphasereaktoren der Hochdruckhydrierung von Kohlen, Teeren, Mineralölen, deren Destillations- und Extraktionsprodukten und ähnlichen Stoffen nachgeschalteten Heißabscheiders wird dessen Inhalt durch ein Kühlsystem mittels eines Kühlgases gekühlt.

Zwecks Vermeidung chemischer Nachreaktion mit Polymerisation und Feststoffbildung und dennoch Aufrechterhaltung eines möglichst hohen Temperaturniveaus im Heißabscheider werden die Temperaturen des in einem konischen Einsatz befindlichen Sumpfproduktes und der in einem zylindrischen Einsatz befindlichen Gas-/Dämpfephase mittels integrierter Kühlkreisläufe für indirekte Kühlung auf den erforderlichen, ggf. unterschiedlichen, Werten gehalten, wobei in einer bevorzugten Ausführung des zum Einsatz kommenden Heißabscheiders der konische und der zylindrische Einsatz aus einem Vierkanthohlprofil mit einer zylindrischen Bohrung in umlaufenden Windungen gewickelt sind.

EP 0 233 352 A2

Verfahren zum Betreiben eines Heißabscheiders und zugehörige Vorrichtung

Die Erfindung betrifft ein Verfahren zum Betreiben eines den Sumpfphasereaktoren der Hochdruckhydrierung von Kohlen, Teeren, Mineralölen, deren Destillations- und Extraktionsprodukten und ähnlichen Stoffen nachgeschalteten Heißabscheiders, für die Auftrennung der Maische aus den Sumpfphasereaktoren in ein Sumpfprodukt, nämlich vorwiegend hoch siedende Öle, Asche, ggf. Katalysator, ungelöste Kohle und in flüchtige Reaktionsprodukte der im Oberbegriff von Patentanspruch I angegebenen Art.

Die Erfindung betrifft ferner einen Heißabscheider, aus einem druckfesten Behälter, welcher einen oberen zylindrischen und einen unteren konischen Wandeinsatz enthält und dessen Inhalt durch ein Kühlsystem mittels eines Kühlgases gekühlt werden kann und der mit Stutzen für Eintritt der reagierten Produkte, Kopfproduktaustritt, Sumpfproduktaustritt, ggf. Hydriergaseintritt am Boden des konischen Einsatzes, Standmessungen und dem Kühlsystem ausgerüstet ist.

Es ist bekannt, zur Vermeidung von Absetzungen und Verkokungen in den Heißabscheidern der Hochdruckhydrierung die Innenwände zwecks Abkühlung auf indirektem Weg durch Kreislaufgas mittels Schlangenrohren zu kühlen, um dadurch Kondensationswirkung und Spülung an der Innenwand des Abscheiders zu erreichen (vgl. DE-PS 885 398).

Heißabscheider wie sie beispielsweise bei Anlagen zur verflüssigenden Kohlehydrierung eingesetzt werden, bestehen aus druckfesten Behältern, welche durch Rohrschlangen gekühlte Einsätze enthalten, um die Abscheidung zu erleichtern und zu verhindern, daß an der heißen Abscheiderwand die abgeschiedenen, nicht flüchtigen Stoffe verkoken. Der untere gekühlte Einsatz ist üblicherweise als Trichter ausgebildet, durch den die nicht flüchtigen Anteile abgeführt werden. Im praktischen Betrieb hat sich gezeigt, daß trotz der wirksamen Kühlung des unteren Einsatzes durch Rohrschlangen häufig durch Verkokung Störungen auftreten, die unregelmäßigen Gang des Abscheiders und sogar Betriebsunterbrechungen herbeiführten - (vgl. DE-PS 971 419).

Bei der Hydrierung von Kohlen, Teeren und Schwerölen werden die Reaktionsprodukte aus den Sumpfphasereaktoren in einen Abscheider zwecks Auftrennung in eine aus Feststoff und vorwiegend hoch siedenden Ölen bestehende Feststoff-/Flüssig-Phase und eine die flüchtigen Reaktionsprodukte sowie Hydriergas enthaltende Gase-/Dämpfe-Phase geleitet. Um chemische Nachreaktionen, welche zu Polymerisationen der Produkte und zur Verstopfung des Abscheiders führen

können, einzuschränken, müssen hierzu die Reaktionsprodukte etwas abgekühlt werden, beispielsweise um 10 -40 °C niedriger als die Temperatur in dem letzten Sumpfphasereaktoren.

Andererseits sollen die Reaktionsprodukte im Abscheider auf möglichst hohem Temperaturniveau gehalten werden, um die thermische Auftrennung der Produkte energiesparend durchzuführen und ggf. um die Abwärme der Reaktionsprodukte zur Aufheizung der Einsatzprodukte der Sumpfphasehydrierung auszunutzen.

Bei dem bekannten Verfahren zur Abkühlung der Innenwände auf indirektem Weg durch Kreislaufgas wird die Temperatur der im Abscheider befindlichen Produkte dadurch abgesenkt, daß eine Kühlschlange um den konischen Einsatz des Abscheiders gewickelt ist, wobei zwischen Innen- und Außenfläche der Einbauten Druckausgleich besteht.

Diese aufgewickelte Kühlschlange hat verschiedene prozeßtechnische Nachteile: Zwischen Kühlschlange und Außenseite des konischen Einsatzes bilden sich mit der Zeit Feststoffablagerungen, welche den Wärmedurchgangskoeffizienten verändern. Folglich können unerwünschte produktseitige Feststoffablagerungen auf der Innenseite des konischen Einsatzes nicht durch einfache wärmetechnische Messungen des Wärmedurchgangskoeffizienten erkannt werden. Weiterhin ist mittels eines einzigen Kühlkreislaufes keine optimale getrennte Temperatureinstellung des in dem konischen Einsatz befindlichen Sumpfproduktes und der in dem zylindrischen Einsatz befindlichen Gas-/Dämpfephase möglich.

Wegen der unterschiedlichen Verweilzeit der verschiedenen Produkte in dem Heißabscheider und dem unterschiedlichen Wasserstoffangebot in dem im konischen Einsatz befindlichen Sumpfprodukt tritt eine zunehmende Wasserstoffverarmung auf - besteht ein Bedürfnis, die Temperaturen des in dem konischen Einsatz befindlichen Sumpfproduktes und der in dem zylindrischen Einsatz befindlichen Gas-/Dämpfephase auf vorbestimmten Werten zu halten, um eine chemische Nachreaktion mit Polymerisation und Feststoffbildung zu verhindern und dennoch ein möglichst hohes Temperaturniveau im Heißabscheider aufrechtzuerhalten.

Diese Aufgabe wird bei einem Verfahren und einer Vorrichtung der eingangs angegebenen Art dadurch gelöst, daß die Merkmale des Kennzeichens von Patentanspruch I bzw. Patentanspruch 3 verwirklicht sind.

Durch genaue wärmetechnische Messungen der Heißabscheiderprodukttemperaturen, beispielsweise mittels an den Einsätzen angeschlossener Thermoelemente, kann eine unerwünschte Ausbildung produktseitiger Koks- und sonstiger Feststoffablagerungen an dem zylindrischen und dem konischen Einsatz wirkungsvoll verhindert werden.

Durch Fertigung sowohl des konischen Einsatzes 4 als auch des zylindrischen Einsatzes 3 aus einem spiralförmig aufgewickelten Vierkanthohlprofil 12, indem diese Einsätze in umlaufenden Windungen gewickelt sind, wird erreicht, daß die Kühlleistung insgesamt verbessert wird.

Die Windungen sind auf der Innenseite der so hergestellten Einsätze vorzugsweise durch Schweißnähte miteinander verbunden, die auf der Innenseite geglättet sind. Auf der Außenseite der so hergestellten Behälter sind die Windungen vorzugsweise durch eine unterbrochene äußere tragende Naht miteinander verbunden.

Dieser Aufbau führt zu, vorzugsweise getrennten, integrierten Kühlkreisläufen.

Alle Windungen der den konischen Einsatz 4 bildenden konischen Schlange aus Vierkantprofil 12 sind auf der Innenseite ohne Unterbrechung miteinander verschweißt, wobei die innere Schweißnaht als Dichtnaht, die äußere Naht als tragende Naht gilt.

Die Windungen der den zylindrischen Einsatz 3 bildenden zylindrischen Kühlschlange aus Vierkantprofil 12 sind in gleicher Weise wie bei dem konischen Einsatz 4 auf der Innenseite ohne Unterbrechung miteinander verschweißt, wobei die innere Schweißnaht als Dichtnaht und die äußere Naht als tragende Naht gilt.

Die obersten Windungen der zylindrischen Kühlschlange aus dem Vierkantprofil 12 sind zweckmäßig in einem Abstand gewickelt und nicht miteinander verschweißt. Sie dienen im Betrieb bei Erwärmung als Dehnungsausgleicher.

Das Verbundsystem besteht aus aufgewickelten und verschweißten Vierkant-Profilen 12 mit vorzugsweise zylindrischer Bohrung, welche gleichzeitig die Funktionen der Kühlschlange und der Behälterwand übernehmen.

Veränderungen des Wärmedurchgangskoeffizienten lassen -bei sonst gleichen Prozeßbedingungen -direkt auf produktseitige Feststoffablagerungen im Inneren des Heißabscheiders 1 schließen.

Mittels der vorgesehenen getrennten Kühlkreisläufe können die prozeßrelevanten Temperaturen des in dem konischen Einsatz 4 befindlichen Sumpfproduktes und der in dem zylindrischen Einsatz 3 befindlichen Gas-/Dampfphase unabhängig voneinander auf die erforderlichen Werte eingestellt werden und es braucht Wasserstoffgas bzw. Hydriergas nur in der zur Beeinflussung

des Verkokungsgleichgewichtes im Heißabscheider, d. h. Entgegenwirken der in dem Heißabscheider auftretenden Wasserstoffverarmung, erforderlichen Menge, nicht aber zum Zwecke der direkten Kühlung des Heißabscheiderinhaltes, direkt in den Heißabscheider eingeleitet zu werden.

In einer anderen Ausführung des vorgeschlagenen Heißabscheiders kann vorgesehen werden, daß die Kühlkreisläufe für den konischen Einsatz 6 und den zylindrischen Einsatz 5 aus auf den Einsätzen befestigten Rohren 13, die an dem jeweiligen Einsatz angeschweißt sind, aufgebaut sind.

Die Verbindung der Einsätze 3 und 4, bzw. 5 und 6 kann durch einen konischen Schuß II z. B. mittels eines Blechelementes hergestellt werden, so daß ein gemeinsames Apparateelement vorliegt.

Der vorgeschlagene Heißabscheider und insbesondere die vom Kühlmedium durchströmten Einsätze sind geeignet, einer äußeren Druckbelastung von bis zu 700 bar und einer Temperaturbelastung von bis zu 500 °C standzuhalten.

In Figur 1 ist der konstruktive Aufbau des vorgeschlagenen neuen Heißabscheiders I mit dem druckfesten Behälter 2 und Stützen 7 für Eintritt der reagierten Maische, Kopfproduktaustritt 8 sowie Sumpfproduktaustritt 9 in einer bevorzugten Ausführung schematisch dargestellt. Der konische Einsatz 4 sowie der zylindrische Einsatz 3 des Innenbehälters bilden jeweils ein integriertes festes Verbundsystem, bestehend aus Kühlkreislauf und Behälterwand. Der konische und der zylindrische Einsatz werden mit zwei separaten Kühlmittelströmen beaufschlagt.

Die Kühlmittelströme werden für den konischen Einsatz 4 über Stützen für Kühlgas-Eintritt (10/1) und Kühlgas-Austritt (10/2), für den zylindrischen Einsatz 3 über Stützen für Kühlgas-Eintritt (10/3) und Kühlgas-Austritt (10/4) geführt.

Der konische Einsatz 4 weist beispielsweise 10 Grad Schräge auf und ist aus einem Vierkantprofil 12 mit einer zylindrischen Bohrung gewickelt. Der zylindrische Einsatz 3 ist ebenfalls aus dem Vierkantprofil 12 mit einer zylindrischen Bohrung gewickelt, wobei die Verbindung der beiden Einsätze durch den konischen Schuß II hergestellt ist, welcher ggf. durch Rippen verstärkt werden kann. Der konische Einsatz 4 wird auf der Innenseite mit beispielsweise vier Thermoelementen 15.1, 15.2, ..., 15.N und der zylindrische Einsatz 3 auf der Innenseite mit beispielsweise zwei Thermoelementen 14.1, ..., 14.N bestückt. Die Thermoelementanschlüsse können beispielsweise über Stopfbuchsdichtungen aus dem Heißabscheider I herausgeführt werden.

Der Heißabscheider I ist beispielsweise auf eine zulässige Betriebstemperatur von 500 °C und einen zulässigen Betriebsüberdruck von bis zu 700 bar ausgelegt, wobei zwischen Innen- und Außenfläche der Einbauten Druckausgleich besteht.

Gemäß einem weiteren, in Figur 2 dargestellten, Konstruktionsbeispiel sind Kühlschlangen bestehend aus Rohren 13 um eine dünne Konuswand 6 bzw. Zylinderwand 5 gewickelt und aufgeschweißt.

Die Bezugszeichen 1 und 2 bezeichnen wieder den Heißabscheider und den druckfesten Behälter. Die Bezugszeichen für die Stutzen 7, 8, 9, 10/1, 10/2, 10/3 und 10/4 sowie für das Element II haben die bei der Erläuterung von Figur 1 angegebenen Bedeutungen.

Auch hier besteht Druckausgleich zwischen Innen- und Außenfläche von Konus- bzw. Zylinderwand.

Ansprüche

1. Verfahren zum Betreiben eines den Sumpphasereaktoren der Hochdruckhydrierung von Kohlen, Teeren, Mineralölen, deren Destillations- und Extraktionsprodukten und ähnlichen Stoffen nachgeschalteten Heißabscheiders, für die Auftrennung der reagierten Produkte aus den Sumpphasereaktoren in ein Sumpfprodukt, nämlich vorwiegend hoch siedende Öle, Asche, ggf. Katalysator, ungelöste Kohle und in flüchtige Reaktionsprodukte, aufgebaut aus einem druckfesten Behälter, welcher einen oberen zylindrischen und einen unteren konischen Wandeinsatz enthält und dessen Inhalt durch ein Kühlsystem mittels eines Kühlgases gekühlt werden kann, dadurch gekennzeichnet, daß die Temperaturen des in dem konischen Einsatz befindlichen Sumpfproduktes und der in dem zylindrischen Einsatz befindlichen Gas-/Dampfphase mittels integrierter Kühlkreisläufe für indirekte Kühlung auf den zur Begrenzung chemischer Nachreaktionen im Heißabscheider erforderlichen, ggf. unterschiedlichen, Werten gehalten werden.

2. Verfahren nach Anspruch 1, dadurch gekennzeichnet, daß durch wärmetechnische Messungen die unerwünschte Ausbildung produktseitiger Koks- und sonstiger Feststoffablagerungen an der Innenseite des zylindrischen und des konischen Einsatzes registriert wird.

3. Heißabscheider, aufgebaut aus einem druckfesten Behälter mit Stutzen für Eintritt der reagierten Produkte, Kopfproduktaustritt, Sumpfproduktaustritt, ggf. Hydriergaseintritt am Boden des konischen Einsatzes, Standmessungen und Kühlsystem, dadurch gekennzeichnet, daß integrierte Kühlkreisläufe mit Stutzen für Kühlgas-Ein-

tritt und -Austritt für den konischen Einsatz sowie mit Stutzen für Kühlgas-Eintritt und -Austritt für den zylindrischen Einsatz vorgesehen sind.

4. Heißabscheider nach Anspruch 3, dadurch gekennzeichnet, daß sowohl der konische Einsatz als auch der zylindrische Einsatz mit Thermoelementanschlüssen zur Messung der Heißabscheiderprodukttemperaturen bestückt und die Meßleitungen aus dem Druckraum des Heißabscheiders herausgeführt sind.

5. Heißabscheider nach Anspruch 3, dadurch gekennzeichnet, daß die integrierten Kühlkreisläufe für den konischen und den zylindrischen Einsatz aus einem aus spiralförmig aufgewickelten Vierkanthohlprofilen aufgebauten Verbundsystem bestehen.

6. Heißabscheider nach Anspruch 3, dadurch gekennzeichnet, daß der konische und der zylindrische Einsatz aus einem Vierkanthohlprofil mit einer zylindrischen Bohrung in umlaufenden Windungen gewickelt sind.

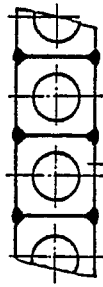
7. Heißabscheider nach Anspruch 6, dadurch gekennzeichnet, daß die Windungen auf der Innenseite durch Schweißnähte miteinander verbunden, diese Schweißnähte auf der Innenseite geglättet und daß die Windungen auf der Außenseite durch eine unterbrochene äußere tragende Naht miteinander verbunden sind.

8. Heißabscheider nach Anspruch 3, dadurch gekennzeichnet, daß die Kühlkreisläufe für den konischen und den zylindrischen Einsatz aus auf den Einsätzen befestigten Rohren, die an dem jeweiligen Einsatz angeschweißt sind, aufgebaut sind.

9. Heißabscheider nach Anspruch 3, dadurch gekennzeichnet, daß die beiden Einsätze durch ein Blechelement zu einem gemeinsamen Apparatetelement zusammengefügt sind.

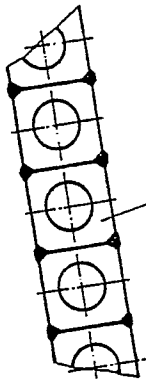
10. Heißabscheider nach Anspruch 3, dadurch gekennzeichnet, daß die vom Kühlmedium durchströmten Einsätze einer äußeren Druckbelastung von bis zu 700 bar und einer Temperaturbelastung von bis zu 500 °C standhalten.

Einzelheit „Y“



12

Einzelheit „X“



12

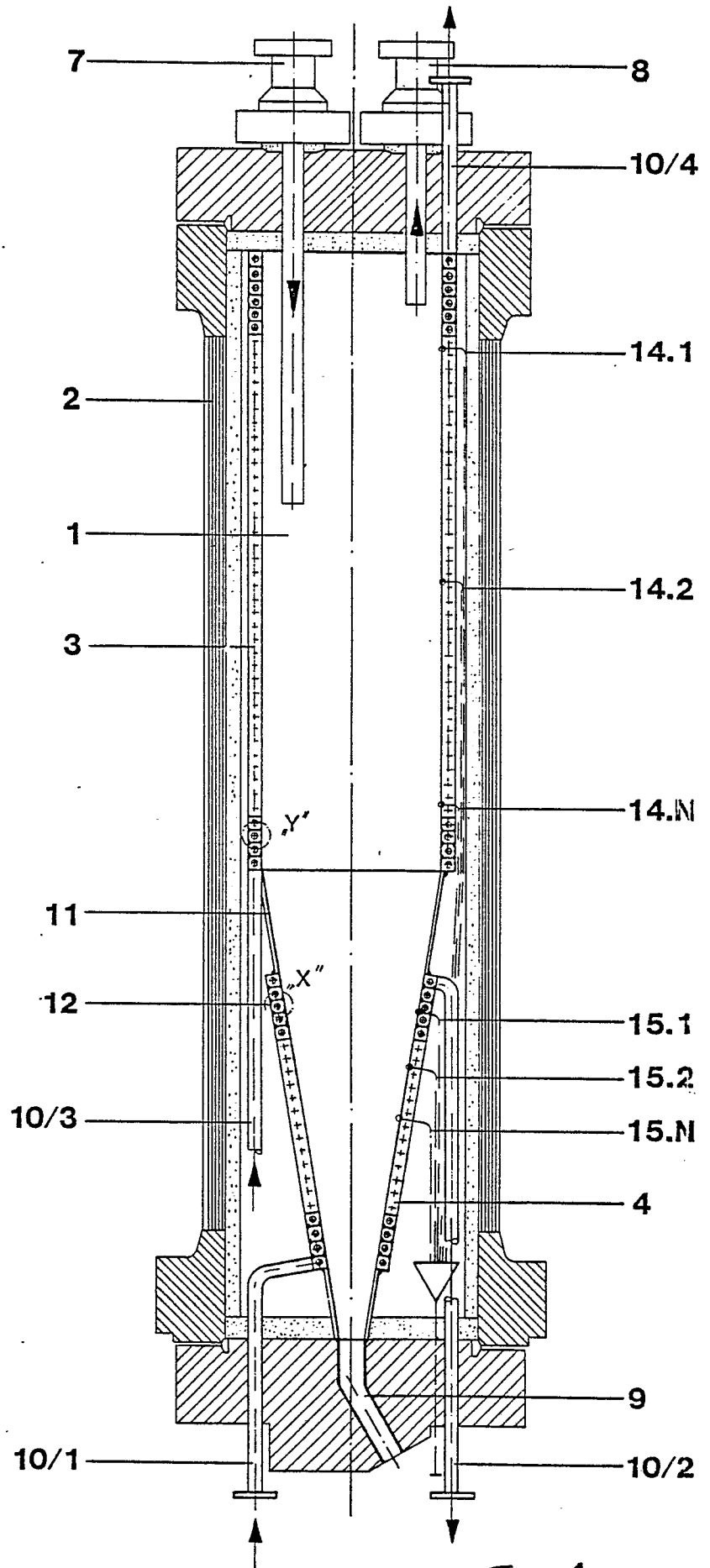


Fig. 1

Einzelheit „X“

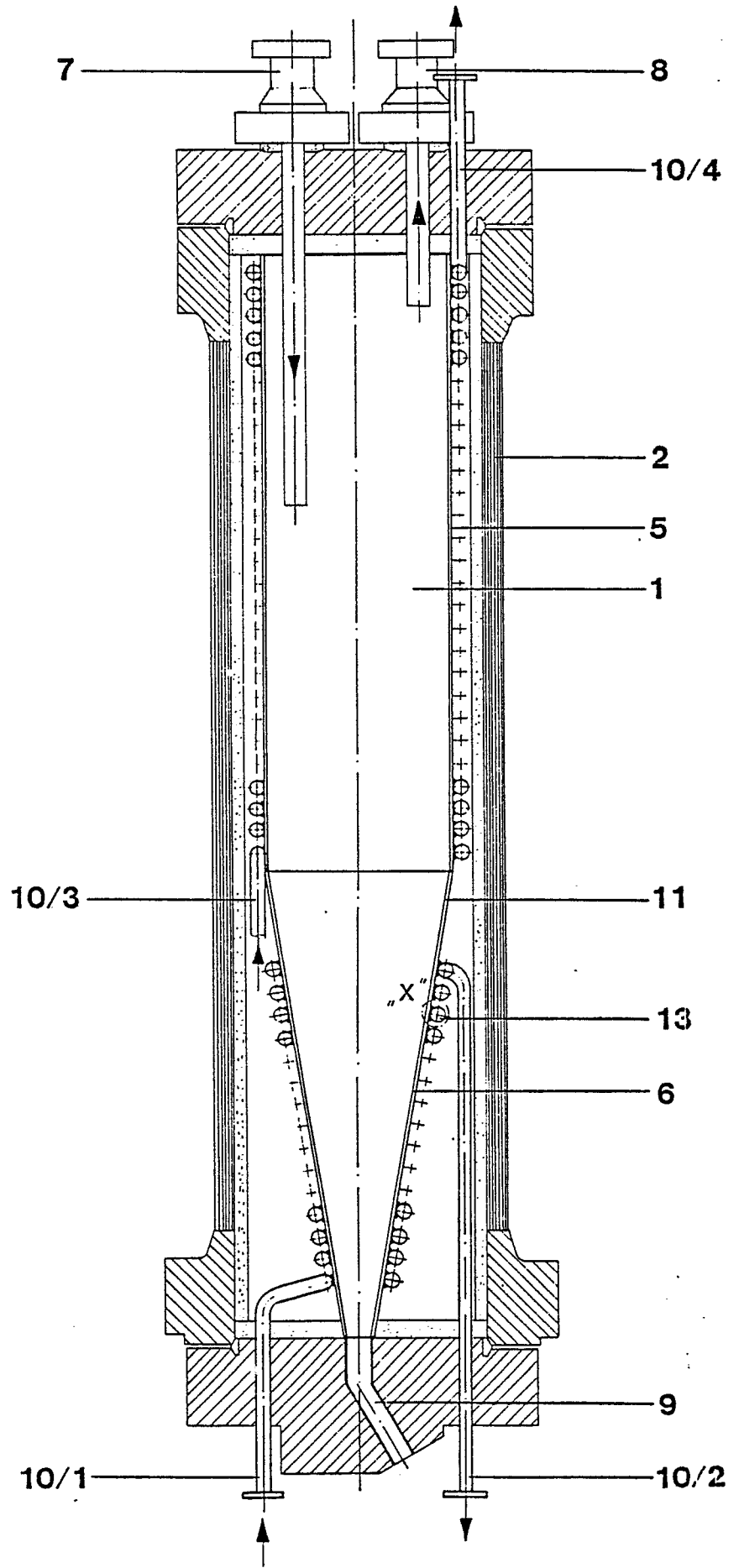
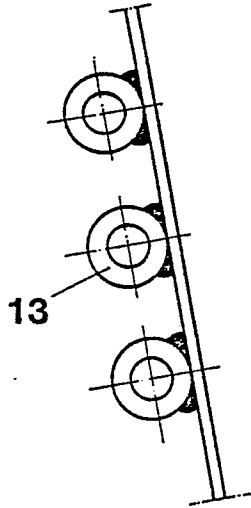


Fig. 2.