5

Vorzimmer Dr. P. Hier

Entasphaltierungsanlage in Misburg.

Die Anlage soll 53 000 Jato schwere Rückstände aus Nienhager Rohöl entasphaltieren, das entspricht einer Tagesleistung von ~160 Tato.

Die Entasphaltierung erfolgt mit 800 Vol.-% Propan. Die Anlage ist konstruiert für einstufige und zweistufige Verarbeitung. Zweistufige Verarbeitung kann nur ölseitig durchgeführt werden, da bei der jetzigen Bauart das gewonnene Propanharz zur Rückgewinnung des gelösten Propans mit dem Asphalt zusammen in der gleichen Kolonne verarbeitet wird. Die Anlage wurde erstmalig am 19.5.41 mit schwererem Rückstand angefahren und nach anfänglichen Schwierigkeiten seit Anfang Juni 1941 probeweise mit verschiedenen Durchsätzen und bei verschiedenen Arbeitstemperaturen und damit verschiedenen Ausbeuten in Betrieb gehalten.

In der Zeit vom 1. bis 26.6.41 wurden an Durchsatz erzielt 2909,6 to. Hieraus wurden in verschiedenen Chargen und Qualitäten je nach Fahrweise erhalten: 1406,1 to schweres Zylinderöl und 1503,5 to Asphalt + Harz. Die spez. Gewichte dieses Zylinderöls schwanken zwischen d_{20} 0,927 und 0,933. Die Viskosität bei 99° liegt bei 6 - 8° E, der Kokstest zwischen 2,0 und 3,5. Der Flammpunkt im offenen Tiegel liegt bei 330° , derjenige im geschlossenen Tiegel schwankt zwischen 100° und 230° .

Die spez. Gewichte des Gemisches Asphalt-Harz liegen im Mittel bei 25° bei 1.030 der Erweichungspunkt (Ring+Ball) $58-60^{\circ}$.

Ausser den Fl.P. sind alle Teste in Ordnung. Die Flammpunkte für Asphalt im offenen Tiegel genügen nicht ganz den Anforderungen während 4 Völltanks $>330^{\circ}$ zeigen liegen diese bei 4 Völltanks tiefer. Die Flammpunkte der geschlossenen Tiegel befriedigen noch nicht.

Die angegebenen Analysendaten basieren auf Untersuchungen an Völltanks. Die Restmengen Propan sind so klein, dass die in geheizten Tanks flüssig gehaltenen Produkte dieses bei der herrschenden Temperatur nicht abgeben, da bisher bei geregelter Lauf der Anlage in den Casräumen dieser Fertigprodukt tanks noch nie Propan nachzuweisen war.

Infolge der noch nicht genügenden Flammpunkte im geschlossenen Tiegel, der über 450° liegen soll wird zur Zeit ein Vorwärmer zur Asphalt-Kolonne, der bisher mit Niederdruckdampf geheizt wurde auf Mitteldruckdampf (350°) umgestellt. Dadurch steht zu erwarten, dass die Eingangstemperaturen des Asphaltes die bisher bei ca. 160° lagen auf $180-190^{\circ}$ steigen, womit eine stärkere Austreibung des Propanes aus dem Asphalt erfolgt. Durch intensives Strippen des propanbefreiten Asphaltes in der Niederdruck-Kolonne wird erwartet, dass die gewünschten Flammpunkte erreicht werden.. Als Ausgangsmaterial kommt ein 28,5 %iger Vakuum-Rückstand aus Nienhagener Öl zur Verarbeitung. Dieses Produkt hat folgende Eigenschaften: d_{20} 0,982 - 0,986. Visk. 99° ca $52-56^{\circ}$ E Flammpunkt ca 330° .

Ausbeuten: In Ludwigshafen wurde seinerzeit ein 31%iger Rückstand des gleichen Öls verarbeitet, der 17,6 % Öl und 13,4 % Asphalt + Harz lieferte.

Das Öl hatte d_{20} 0,931

Der Asphalt lieferte d_{20} 1,045

Das Harz brachte d_{20} 0,977

Die Ölausbeute bezogen auf Rohöl betrug danach 56,8 % gegen 43,2% Asphalt + Harz.

Der jetzt zu verarbeitende Rückstand hat 2,5 % Öl weniger, da er nur 28,5 %ig ist. Die Ölausbeute müsste also bei ca 54 % liegen.

Die technische Anlage gestattet aber als tiefste Arbeitstemperatur nur 40° gegen 50° die bei den seinerzeitigen Ludwigshafener Versuchen angewandt wurden. Berücksichtigt man weiterhin, dass die ^{Asphalt} Ausbeute bei dickeren Rückständen infolge Abnahme vorhandener Lösungsvermittler steigt, so ist für das zur Verarbeitung kommende Öl eine Ausbeute von 50 - 52 % Zylinderöl als Optimum zu erwarten. Diese Werte scheinen sich auch bei Vollbelastung der Anlage zu bestätigen, wenn die Anlage zweistufig betrieben wird. Die vorgesehenen Temperaturen liegen bei 40° für die Asphaltfällung und -wäsche, bei 50° für die Harzfällung und bei 45° für die Harzwäsche. Es bleibt vorbehalten die Temperaturen für die Harzstufe etwas zu ändern, wenn dadurch Ausbeute verbessert werden kann und Qualität genügend bleibt.

Bei einstufiger Fahrweise bei 40° , also ohne Harzfällung wurden Ausbeuten von 54 % Öl erreicht. Die Eigenschaften des Öls waren dann:

d_{20} 0,935 - 0,936 ; E 99 7-8 $^{\circ}$, die des Asphaltes $\frac{1}{3}$ d_{25}

i. 1,040. Ring + Ball 65°. Allerdings betrug dabei der Durchsatz nur 75 % der Vollast.

Zweckmässigerweise würde also dieser Rückstand einstufig verarbeitet.

Die Nerag konnte bis-her durch Destillation den Asphaltgehalt bis auf 16 % bezogen auf Rohöl senken.

Infolge der oben angegebenen 4 Zahlen beträgt die Asphalt+ Harzausbeute nach dem Propanverfahren. 1) zweistufig bei Annahme von 50% Ausbeute 14,2 %

2) einstufig bei Annahme von 54 % Ausbeute 13,1 %.

Beide Werte liegen also günstiger, als die bisherigen.

In diesem Zusammenhang ist ein Entparaffinierungsprodukt des Öls interessant das vor und nach der Entparaffinierung mit Benzol-Aceton folgende Daten hatte:

	Paraff. Öl	Entparaff. Öl
d ₂₀	0,930	0,941
Flammpunkt	330°	328°
Stocktpkt.	+35°	-15° Viskositätsbedingt
Kokstest	2,8	3,6
Visc. 99°	6,4	8,1
V.J.	85	67
Pohlhöhe	2,2	2,6
Neutralitätszahl	0,13	0,13
Entparaff.Temp.		-23
Ausbeute Paraffin		20% Schmelzpkt. +62°

Die Anlage steht zur Zeit still infolge äusserer Umstände und soll nach Prüfung der Frage, ob die Flammpunkte der Fertigprodukte erreicht werden im Propbelauf vergeführt werden. Maschinentechnisch sind noch einige Pumpenfragen zu erledigen.

gez. Fehrenbach

Raffinatanalyse aus Volltank.

c

Datum	Zeit	Tank Nr.	%C ₃ +C ₄	d ₂₀	E 99	Kokstest	N.Z.	Fl.P.o.T.	Fl.P.F.M
2.6.41	12	220	3.6. 4.6 C ₄	0,929	5,23	2,7	-	322°	235°
6.6.41	9	219	5.6. 0 6.6. 0	0,931	6,4	2,4	-	328°	135°
8.6.41	3	220	7.6. 0	0,933	7,9	3,0	-	332°	90°
9.6.41	10	219	0	0,933	8,1	3,0	-	328°	192°
12.6.41	10	220	14.6. 1.6	0,936	8,35	3,5	-	322°	230°
16.6.41	23	219		0,932	7,4	3,0	-	325°	127°
19.6.41	19	220	20.6. 0	0,932	7,6	2,3	-	336°	131°
22.6.41	3	219		0,931	7,3	3,4	-	330°	110°
23.6.41	21 ³⁰	220	0	0,931	6,95	3,1	-	328°	96°
26.6.41	3	219		0,927	6,6	2,7	0,07	326°	235°

Asphaltanalysen aus Volltank.

Datum	Zeit	Tank Nr.	d ₂₅	Ring + Ball	Fl.P.o.T.	Fl.P.P.M	% 0 ₃ +0 ₄
3.6.41	11	221	1,029		152°	61°	-
4.6.41	15	222	1,023		360° x	120°	0 % 5.6.0 %
6.6.41	19	221	1,033	58	210°	115°	0 % 7.6.0
9.6.41	10	222	1,032	58	250°	183°	0 14.6.0
16.6.41	23	222	1,034	61,5	>330° x	255°	0 19.6.0
22.6.41	3	222	1,031	62	348° x	205°	0 20.6.0
23.6.41	9 ³⁰	221	1,030	59	188°	159°	0
26.6.41	4 ⁰⁰	222	1,030	58	>330° x	88°	