

MIWO

30163
1513

RHHRCHEMIE
Aktiengesellschaft
Oberhausen-Höfen

Regelung fest eingestellte Rücklaufverhältnis ist für jede Zusammensetzung des Produktes gleich günstig. Werden im Laufe der Zeit höhere oder geringere Anforderungen an die Produkte gestellt, so genügt eine einfache Verringerung oder Erhöhung des Rohproduktzulaufes, um auch für diese Anforderungen das Maximum an Leistung und Wirtschaftlichkeit aus der vorhandenen Kolonne herauszuholen.

Diese Ausführungen zeigen, daß die in der Besprechung vom 17.5.43 seitens der Bawag geäußerten Bedenken zunächst für das hier gewählte Beispiel der Toluol-Heptan-Hexan-Trennung grundlos sind. Nicht der kontinuierliche Betrieb stellt an der Regleranlage besondere Anforderungen, sondern gerade der in dieser Hinsicht angeblich anspruchslosere Blasenbetrieb mit den geringen Temperaturimpulsen und dem weiten Regelbereich für das Drosselorgan. Hinzukommt, daß im Gegensatz zum stetigen Betrieb, der Blasendestillations-Regler in kurzen Betriebsintervallen von Hand für jede neue Fraktion frisch eingestellt werden muß.

gez. Keltling

Handwritten label at the top of the diagram, possibly indicating a specific part or condition.

Handwritten label 'A' with a small diagrammatic symbol next to it, located on the left side of the main vertical structure.

Handwritten label 'B' located in the middle section of the vertical structure.

Handwritten label 'C' located in the lower-middle section of the vertical structure.

Handwritten label 'D' located in the lower section of the vertical structure.

Handwritten label 'E' located to the right of the circular component.

Handwritten label 'F' located to the right of the circular component.

Handwritten label 'G' located to the right of the circular component.

Handwritten label 'H' located at the bottom right of the diagram.

Vertical handwritten label 'I' with a downward-pointing arrow.

Vertical handwritten label 'J' with a downward-pointing arrow.

Horizontal handwritten label 'K' with a rightward-pointing arrow.

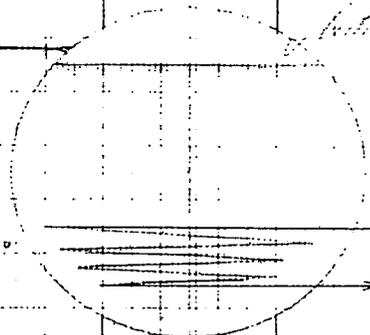
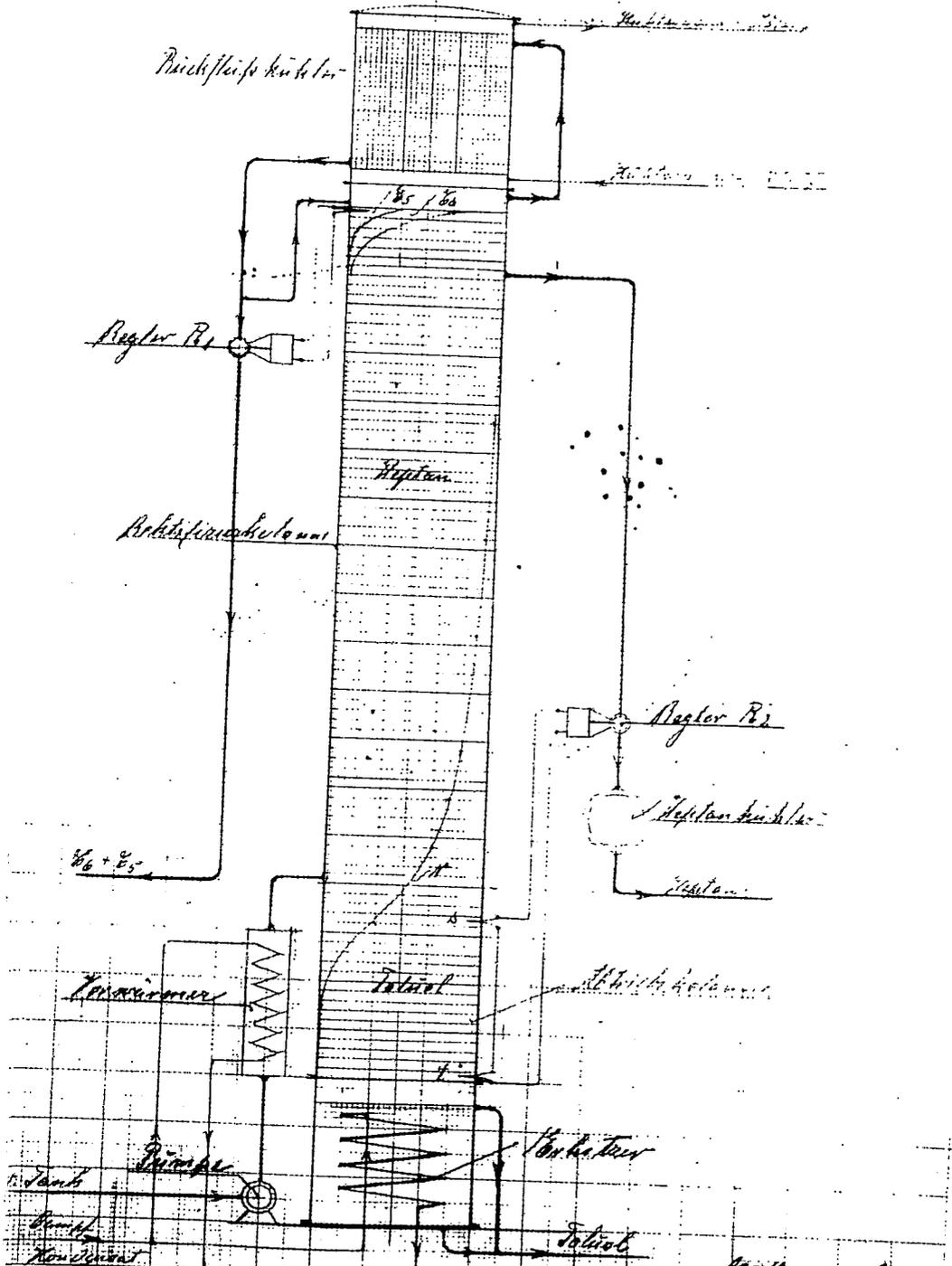


Abb. 2.

Kontinuierliche Trennung von Toluol-Hexan



Geothampfer, d. 10. 8. 40

Abhandlung V

10017901522

Betrifft: Selbsttätige Regelung von Destillierkolonnen.

Die in der Abhandlung IV beschriebene Methode zur destillativen Trennung von Flüssigkeitsgemischen besitzt den Nachteil, daß sie ebenso wie die Blasendestillation bei scharfen Schnitten auf einen sehr empfindlichen Kopftemperaturregler angewiesen ist.

Dieser Nachteil ist bei einer anderen (erst später von mir entwickelten) Arbeitsweise vermieden, die nachstehend an einem praktischen Ausführungsbeispiel und der Abb. 8 erläutert ist.

Ein synthetisches Benzin soll zwischen der C₆- und C₇-Fraktion scharf geschnitten werden. Ein für diese Trennung konstruierter, normaler, stetig arbeitender Destillierapparat wird zunächst in bekannter Weise grob eingestellt. Sodann wird dem unteren Teil der Abtriebsäule ein kleiner Dämpfstrom entnommen und der Mitte einer kleinen Hilfskolonne zugeführt. Diese ist mit einem kräftigen Aufkocher und Rückfluskkühler versehen und sorgt so dafür, daß sich die leichtsiedenden Bestandteile des Teilstromes im oberen Teil der Säule anreichern. Das der Hauptkolonne entnommene Gemisch enthält etwa 4 % C₆. Wird der Hilfskolonne kein Kopfprodukt entzogen (Rücklaufverhältnis ∞), so reichert sich das C₆ hier auf etwa 100 % an. Stellt man aber die Destillatentnahme so ein, daß etwa 8 % des Zulaufes dauernd abgezogen wird, so bildet sich ein Kopfprodukt, das 50 % C₆ und 50 % C₇ enthält. Ein an dieser Stelle angeordnetes Thermoelement oder Widerstandsthermometer steuert dann bei einer Temperatur von 84° den Regler der Hauptkolonne in seine Mittelstellung ein. Fällt nun der Gehalt an C₆ im Entnahmestrom z.B. auf 2 % - versucht also die Hauptkolonne nach oben durchzugehen -, so ändert sich die Zusammensetzung des Hilfskolonnen-Destillates auf 25 : 75 % und der dadurch bedingte Ausschlag des Thermometers um etwa 7° bewirkt eine Drosselung des Destillatablaufes und die Wiederherstellung des Gleichgewichtes in der Hauptkolonne durch den Regler. Umgekehrt hat eine Zunahme des C₆-Gehaltes auf 6 % - also der Versuch der Hauptkolonne, nach unten durchzugehen - eine Änderung in der Zusammensetzung des Hilfskolonnen-Destillates auf 75 : 25 % zur Folge und ein Arbeiten des Reglers in der umgekehrten Richtung unter einem Impuls von wieder ca. 7° im Thermometer.

Die Hilfskolonne schaltet also nicht nur die Schwankungen in der Zusammensetzung des Rohproduktes aus, sondern sie verstärkt auch die schwachen, sich aus der Änderung des C₆-Gehaltes ergebenden Temperaturdifferenzen auf das 12,5-fache.

Die Hilfskolonne entspricht in Größe und Einrichtung etwa einer normalen Labor-Füllkörperkolonne für grobe Trennungen. Bauvorschlüsse stehen gern zur Verfügung. Der Regler ist ein marktüblicher Kopftemperaturregler, dessen Temperaturfühler in den Kopf der Hilfskolonne eingebaut wird. Auf diese Weise lassen sich mit verhältnismäßig groben Hilfsmitteln außerordentlich feine Wirkungen erzielen.

100177 001523

Grundbedingung für diese Arbeitsweise ist wieder, daß das Rücklaufverhältnis - also die Dampfmenge zum Rohproduktzulauf der Hauptkolonne - richtig eingestellt ist. Alsdann wird durch einfaches Einstellen des Reglers auf die Zwischentemperatur der Siedepunkte der beiden Schlüsselkomponenten (d.h. die reinen Stoffe zwischen denen das Gemisch getrennt werden soll) ein eventuell auf Bruchteile eines Prozentes genauer Schnitt selbsttätig durchgeführt. Die im Betrieb üblichen Schwankungen im Dampfdruck, in der Pumpenleistung, in der Gemischzusammensetzung u.s.w. werden von selbst kompensiert.

In Abb. 9 ist noch der Zusammenhang der Gemischzusammensetzung in der Haupt- und Hilfskolonne schematisch gezeigt. Dieser Abb. ist auch zu entnehmen, daß für die Teilstromentnahme ein Boden in Frage kommt, auf dem Schwankungen in der Zusammensetzung der leichtsiedenden Bestandteile sich praktisch nicht mehr auswirken, während andererseits die leichtsiedende Schlüsselkomponente noch möglichst stark vertreten ist, damit das Verstärkungsverhältnis der Hilfskolonne nicht allzu groß zu werden braucht; denn dieses beeinflußt wieder das zeitliche Ansprechen des Reglers.

Abhandlung VI

100175 001524

Betrifft: Selbsttätige Regelung von Destillierkolonnen.

In der Abhandlung I sind bereits die Bedingungen geschildert, unter denen ein automatischer Regler bei der diskontinuierlichen Blasendestillation zur Trennung eines Zweistoffgemisches arbeiten muß. Nächstehend ist nun kurz auf die Verhältnisse eingegangen, die beim Übergang zu Vielstoffgemischen entstehen.

Handelt es sich um eine Mischung von verhältnismäßig wenigen Stoffen, die alle in großer Reinheit gewonnen werden sollen, so ergibt sich die Betriebsweise von selbst: Man stellt den üblichen Kopf-temperatur-Regler nacheinander auf die Siedetemperatur dieser Stoffe ein und destilliert jede für sich mit langsam steigendem Rücklaufverhältnis ab. Das man dazu, bei den normalerweise sehr geringen Temperaturimpulsen und dem stark wechselnden Rücklauf, sehr empfindliche Regler gebraucht, ist bereits gesagt worden (Abb. I u. III). Die auf dem Blatt 6 dargestellte Regleranordnung kann hierbei von Nutzen sein.

Schwieriger wird die Regelung, wenn es sich darum handelt, aus einem Gemisch von sehr vielen - im engen Bereich hervorzuschneiden. Hier erfordert die stufenweise Destillation der einzelnen leichter siedenden Stoffe einen zu großen Dampfverbrauch. Stellt man aber (wie beim kontinuierlichen Betrieb möglich) den Kopfreger so ein, daß die leichter siedenden Stoffe gleichzeitig abgetrieben werden, so zeigt sich schon nach kurzer Zeit, daß diese Einstellung dauernd geändert werden muß. Mit dem fortschreitenden Abtrieb der Blase erweist sich eine immer höhere Kopf-temperatur als notwendig, da der Gehalt an niedrig siedenden Stoffen in der Blase und im Destillat immer geringer wird. Für diese Regelung vermag z.Zt. noch jede Automatik.

Zu einem besseren Ergebnis kommt man, wenn der Temperaturfühler des Reglers im Unterteil der Destillierblase angeordnet wird. Wie leicht gezeigt werden kann, ist das Mindestrücklaufverhältnis stark abhängig von dem jeweiligen Gehalt an leichtsiedenden in der Blasenfüllung und somit auch von der Temperatur an dieser Stelle. Bei genauer Analyse des eingefüllten Rohproduktes läßt sich daher eine Eichkurve ermitteln für die Rücklauf-einstellung während des ganzen Destilliervorganges. Damit ist dann ein einigermaßen scharfer "Vorschnitt" bei günstigstem Dampfverbrauch möglich.

Durch einen "Nachschnitt", gesteuert durch den auf die Siedetemperatur der leichtersiedenden Schlüsselkomponente eingestellten Kopf-temperaturregler kann dann die gewünschte scharfe Trennung erreicht werden.

Besteht die leichtersiedende Schlüsselkomponente aber nicht aus einem vollkommen einheitlichen Produkt (wie das beim Erdöl oft der Fall ist), so wird man bei der diskontinuierlichen Arbeitsweise nie die Schnittscharfe erzielen, die beim kontinuierlichen Betrieb mit viel einfacheren Mitteln möglich ist.

700176

Abhandlung VII

Kontinuierlicher oder diskontinuierlicher Betrieb

Die beim kontinuierlichen und diskontinuierlichen Betrieb an eine automatische Regelung gestellten Aufgaben sind im ersten kleineren Abhandlungen eingehend besprochen. Es ist gesagt worden, daß beim kontinuierlichen Betrieb dieselben mit geringfügigen Meß- und Reglerausführungen ohne besondere Schwierigkeiten gelöst werden können, während der diskontinuierliche Betrieb viel höhere Anforderungen stellt, für die es zum Teil noch keine vollbefriedigende Lösungen gibt.

Neben der automatischen Regelung sind aber eine Reihe von anderen Gesichtspunkten für die Klärung der eben gestellten Hauptfrage von ausschlaggebender Bedeutung, so der Dampf- und Kühlwasserverbrauch, der Baustoff- und Geldeinsatz für die Beschaffung der Anlage, die Bedienungskosten und die Betriebssicherheit.

Dampf wird zunächst zum Erhitzen des Rohproduktes auf Siedetemperatur und zur Verdampfung der abzutrennenden Leichtflüchtigen Stoffe gebraucht und zwar für beide Verfahren gleich, wenn man von dem beim kontinuierlichen Betrieb sich ergebenden Austausch zwischen zu- und abfließendem Produkt spricht.

Erheblich mehr Dampf erfordert aber normalerweise die vollständige Wiederverdampfung des Rücklaufes. Dieser ist bei beiden Verfahren verschieden, als Mindestrücklaufverhältnis für die Destillation rechnerisch zu ermitteln. Besondere Schwierigkeiten ergeben sich für die vollständige Rückführung von azeotropischen Lösungen. Als geometrischen Ort für das Mindestverhältnis in Abhängigkeit von dem Gehalt des Rohproduktes im siedenden erhitzt man im logarithmischen Koordinatensystem unter 45° geneigte Gerade, deren Lage nur von der Siededruckkurve der Siededrucke der beiden zu trennenden Stoffe abhängt. Es zeigt diese Geraden für eine Reihe von Stoffpaaren. Für die Setzmöglichkeit gilt nicht nur für Zweistoffgemischen, sondern entsprechend Umrechnung auch für die Schlüsselkomponenten in Vielstoffgemischen.

Den Kurvenstügen der Abb. 10 kann man auch das Dampfverhältnis verhältnis beim diskontinuierlichen Blasenbetrieb entnehmen. Zu Beginn der Destillation ist es dasselbe wie beim kontinuierlichen Verfahren, da aber der Gehalt an Leichtflüchtigen in der Blasenfüllung dauernd abnimmt, so muß die Dampfmenge im Verhältnis entsprechend steigen. Einen Anhalt für das mit dem Dampf ergebende "mittlere Mindestverhältnis" bei verschiedenen Anfangs- und Endkonzentrationen in der Blase gibt die Abb. 11. Im Beispiel der Benzol-Methyl-Äthermischung (siehe auch Abb. 10) nehmen, das Gasverhältnis sehr stark ab, wenn die Blase abgekühlt werden kann (siehe auch den eingetragenen Verlauf).

10017 001525

Der sich so ergebende Gesamtdampfverbrauch wird bei der Blasen-destillation von Erdölen und synthetischen Benzinen durchschnittlich etwa das Doppelte von dem des kontinuierlichen Verfahrens betragen.

Das stetige Verfahren bietet aber noch eine weitere Möglichkeit der Dampfersparnis. Dieselbe ergibt sich dadurch, daß man von einem Vielstoffgemisch nicht eine Fraktion nach der anderen abspaltet - wie beim Blasenbetrieb üblich - sondern das Rohprodukt zunächst in zwei möglichst gleiche Hälften teilt und diese weiter so lange hälftig teilt bis die einzelnen Fraktionen voneinander getrennt sind. Bei einer aus acht Stoffen bestehenden Lösung ergibt sich z.B. eine Dampfersparnis von 10 %. Theoretisch läßt sich auch in der Blase dieser Teilungsbetriebe durchführen; in der Praxis ist aber die Durchführung so schwer (siehe Abbildung V), daß dieselbe nicht infrage kommt.

Der Dampfverbrauch bestimmt gleichzeitig den Kühlwasserverbrauch, denn alle durch den Dampf zugeführte Wärme muß durch das Kühlwasser wieder abgeleitet werden. So bringt der kontinuierliche Betrieb auch erhebliche Ersparnisse an Wasser.

Aber auch die Beschaffungskosten der Anlage stehen in einem bestimmten Verhältnis zum Dampfverbrauch. So kann die gesamte Heiz- und Kühlmöhe der stetig arbeitenden Anlage im Verhältnis der Dampfersparnis kleiner bemessen werden, als bei der Blasenstillierkolonnen. Das gleiche gilt für den Gesamtquerschnitt der Desprühenden Blasen treten die viel leichteren Abstrichkolonnen kontinuierlichen Destillation. Bei der Verarbeitung von Erdölen wird es oft nötig (mit Rücksicht auf die ersten leichtflüchtigen Produkte), die ganze Blasendestillation für einen höheren Dampfdruck zu bemessen, während man beim stetig arbeitenden Verfahren ganz ohne Druck oder mit Druck nur in der ersten Kolonne auskommt. Auch in der zugehörigen Behälteranlage lassen sich beim kontinuierlichen Betrieb Ersparnisse erzielen.

Demgegenüber steht die oft verblüffende Einfachheit des Blasenapparatur. Ist ein Vielstoffgemisch beispielsweise in acht Fraktionen aufzuteilen, so läßt sich dieses in einer einzigen Blasenbewerkstelligen, während der kontinuierliche Betrieb die Aufstellung von sieben Destillierkolonnen bedingt. Mit einem entsprechenden Zahl von Erhitzen, Kühlern, Rohrleitungen u.ä. Der Querschnitt der Blasenkolonne muß allerdings etwa das 10-fache jeder Einzelkule betragen und die Blase selbst nimmt gegenüber der stetig arbeitenden Apparatur geradezu riesenhafte Ausmaße an. Bei großen Durchsatzleistungen der Anlage ist daher bei der Blase die Höhe erreicht, bis zu der man mit einer Blase auskommt. Je mehr Blasen nun erforderlich werden und je weniger produktive Blasen trennen sind, desto ungünstiger werden die Verhältnisse für den diskontinuierlichen Betrieb.

Die Bedienung einer Blasendestillation mit dem stetig arbeitenden Betrieb stellt viel höhere Anforderungen an den Personalbestand kontinuierliche Betrieb, selbst wenn derselbe eine Anlage mit nur von Kolonnen erfordert. Die Anforderungen betreffen nicht nur auf die Zahl, sondern auch auf die Qualität der Bedienung, die durch automatische Einrichtungen nur wenig zu verbessern schwer kontrolliert werden können. Demgegenüber läßt sich der stetig einstellbare kontinuierliche Betrieb praktisch von selbst.

700178

001527

Unter diesen Umständen ist natürlich auch die Betriebsicherheit und die Gewähr für einwandfreie Produkte beim kontinuierlichen Betrieb eine viel größere - ganz abgesehen von den Schwierigkeiten, die der Blasenbetrieb schon rein theoretisch der Gewinnung scharf geschnittener Produkte entgegengesetzt.

Das Ergebnis wochenlanger, umständlicher Rechnungen und Überlegungen, die sich bis zu konstruktiven Details ausgedehnt haben, ist daher die Bestätigung der auch von anderer Seite behaupteten Überlegenheit des kontinuierlichen Betriebes in jeder Richtung - auch bezüglich Trennschärfe und Regelbarkeit. Die Arbeit dürfte aber in viele Zusammenhänge Klarheit gebracht und die zahlenmäßige Feststellung der erzielbaren Vorteile erleichtert haben. Darüber hinaus dürften die Vorschläge bezüglich der Regelung (wenn dieselben auch für manchen Spezialfälle wenig Neues bringen) für die s.Zt. zu lösenden Aufgaben nützliche Hinweise enthalten.