(12) NACH DEM VERTRAG ÜBER DIE INTERNATIONALE ZUSAMMENARBEIT AUF DEM GEBIET DES PATENTWESENS (PCT) VERÖFFENTLICHTE INTERNATIONALE ANMELDUNG

(19) Weltorganisation für geistiges Eigentum
Internationales Büro

(43) Internationales Veröffentlichungsdatum
15. Mai 2008 (15.05.2008)

PCT

(10) Internationale Veröffentlichungsnummer
WO 2008/055585 A1

(51) Internationale Patentklassifikation:
B01J 19/00 (2006.01) *G01N 31/10* (2006.01)

(21) Internationales Aktenzeichen: PCT/EP2007/009102

(22) Internationales Anmeldedatum:
19. Oktober 2007 (19.10.2007)

(25) Einreichungssprache: Deutsch

(26) Veröffentlichungssprache: Deutsch

(30) Angaben zur Priorität:
10 2006 053 078.0
10. November 2006 (10.11.2006) DE

(71) Anmelder *(für alle Bestimmungsstaaten mit Ausnahme von US)*: **HTE AKTIENGESELLSCHAFT THE HIGH THROUGHPUT EXPERIMENTATION COMPANY** [DE/DE]; Kurpfalzring 104, 69123 Heidelberg (DE).

(72) Erfinder; und

(75) Erfinder/Anmelder *(nur für US)*: **MOELLER, Andreas, Christian** [DE/AT]; Stechergasse 1, A-4020 Linz (AT). **VERGUNST, Theo** [DE/DE]; Ringelhohl 26, 76229 Karlsruhe (DE). **BRENNER, Armin** [DE/DE]; Wieblinger Strasse 51, 69214 Eppelheim (DE).

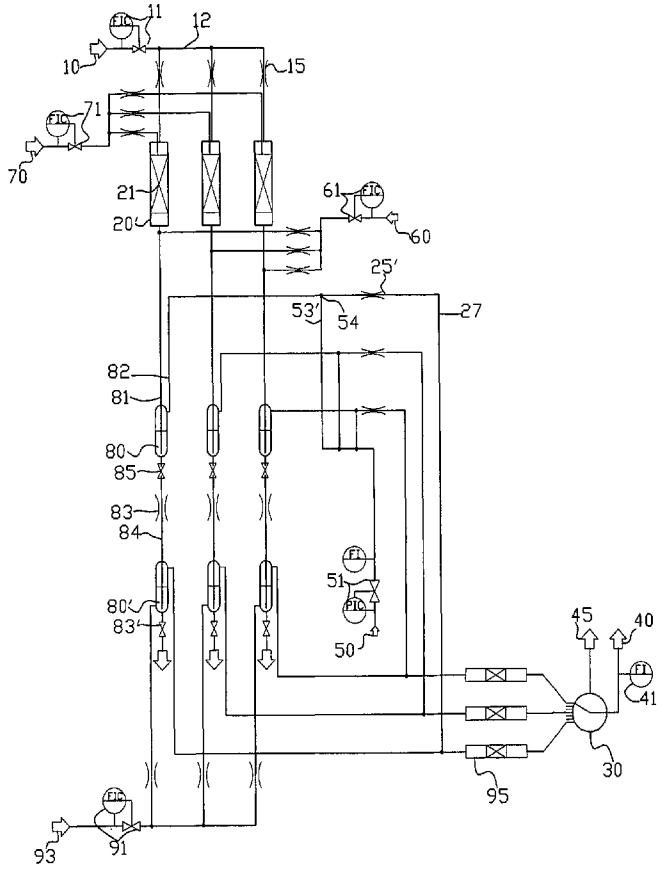
(74) Anwalt: **RICKER, Mathias**; Wallinger Ricker Schiotter Foerstl, Zweibrückenstrasse 5-7, 80331 München (DE).

(81) Bestimmungsstaaten *(soweit nicht anders angegeben, für jede verfügbare nationale Schutzrechtsart)*: AE, AG, AL, AM, AT, AU, AZ, BA, BB, BG, BH, BR, BW, BY, BZ, CA, CH, CN, CO, CR, CU, CZ, DK, DM, DO, DZ, EC, EE, EG,

[Fortsetzung auf der nächsten Seite]

(54) Title: METHOD AND DEVICE FOR THE CONTINUOUS TRANSFER AND ANALYSIS OF FLUIDS

(54) Bezeichnung: VORRICHTUNG UND VERFAHREN ZUR KONTINUIERLICHEN ÜBERFÜHRUNG UND ANALYSE VON FLUIDEN



die von der Rektifikationskolonne (80 ') abgehenden Gasleitung

(57) Abstract: The present invention relates to a method and device for the continuous transfer of fluid products from reaction chambers. The device contains an arrangement of at least two high-pressure separators which are both operatively connected to a low-pressure separator or low-pressure region. Each connection between high-pressure region and low-pressure region is equipped with a restrictor. In the preferred embodiments of the device, the low-pressure region side is equipped with a rectification column and the outgoing gas pipe from the rectification column is combined by a gas mixer into a single pipe with the gas pipe of the corresponding high-pressure side. In a preferred embodiment, the claimed method is carried out in conditions in which cyclic and/or oscillating pressure fluctuations occur in the high-pressure region of the apparatus. The oscillating pressure fluctuations are preferably used for process control and/or for controlling the method.

(57) Zusammenfassung: Die vorliegende Erfindung betrifft eine Vorrichtung und ein Verfahren zur kontinuierlichen Überführung von Produktf luiden aus Reaktionsräumen (20') Die Vorrichtung enthält eine Anordnung von zumindest zwei Hochdruck-Abscheidern (80) welche mit jeweils einem Niederdruck-Abscheider/Niederdruckbereich in Wirkverbindung stehen. Die jeweilige Verbindung (84) vom Hochdruck-zum Niederdruckbereich ist mit einem Restriktor (83) ausgestattet. In bevorzugten Ausgestaltungsformen der Vorrichtung ist die Seite des Niederdruckbereichs mit einer Rektifikationskolonne (80 ') ausgestattet, wobei

[Fortsetzung auf der nächsten Seite]

WO 2008/055585 A1

ES, FI, GB, GD, GE, GH, GM, GT, HN, HR, HU, ID, IL, IN, IS, JP, KE, KG, KM, KN, KP, KR, KZ, LA, LC, LK, LR, LS, LT, LU, LY, MA, MD, ME, MG, MK, MN, MW, MX, MY, MZ, NA, NG, NI, NO, NZ, OM, PG, PH, PL, PT, RO, RS, RU, SC, SD, SE, SG, SK, SL, SM, SV, SY, TJ, TM, TN, TR, TT, TZ, UA, UG, US, UZ, VC, VN, ZA, ZM, ZW.

(84) Bestimmungsstaaten *(soweit nicht anders angegeben, für jede verfügbare regionale Schutzrechtsart)*: ARIPO (BW, GH, GM, KE, LS, MW, MZ, NA, SD, SL, SZ, TZ, UG, ZM, ZW), eurasisches (AM, AZ, BY, KG, KZ, MD, RU, TJ, TM), europäisches (AT, BE, BG, CH, CY, CZ, DE, DK, EE, ES, FI, FR, GB, GR, HU, IE, IS, IT, LT, LU, LV, MC, MT, NL, PL, PT, RO, SE, SI, SK, TR), OAPI (BF, BJ, CF, CG, CI, CM, GA, GN, GQ, GW, ML, MR, NE, SN, TD, TG).

Veröffentlicht:

— *mit internationalem Recherchenbericht*

— *mit geänderten Ansprüchen*

Veröffentlichungsdatum der geänderten Ansprüche:

7. August 2008

mit der Gasleitung (82) der jeweils zugehörigen Hochdruckseite über einen Gasmischer (95) zu einer Leitung vereinigt werden. In einer bevorzugten Ausführungsform wird das erfindungsgemässe Verfahren unter Bedingungen durchgeführt, unter welchen zyklische und/oder oszillierende Druckschwankungen im Hochdruckbereich der Apparatur auftreten. Die oszillierenden Druckschwankungen werden bevorzugt zur Prozesskontrolle und /oder zur Steuerung des Verfahrens genutzt.

GEÄNDERTE ANSPRÜCHE
beim Internationalen Büro eingegangen am 09. Juni 2008 (09.06.2008)

Patentansprüche

1. Vorrichtung zum kontinuierlichen Überführen und/oder zur Analyse von Multikomponenten-Gemischen, umfassend zumindest die folgenden Komponenten:

   (a) zumindest zwei parallele Reaktionsräume (20');

   (b) pro Reaktionsraum (20') zumindest eine reaktionsraumausgangsseitige Verbindung (81) zu zumindest einem Hochdruck-Abscheider (80);

   (c) pro Reaktionsraum (20') zumindest einen Hochdruck-Abscheider (80);

   (d) pro Hochdruck-Abscheider (80) zumindest eine Verbindung (84) zu zumindest einem Niederdruckbereich oder zu zumindest einem Niederdruck-Abscheider;

   (e) pro Hochdruck-Abscheider (80) zumindest eine Ausgangsverbindung (82) für im Wesentlichen gasförmige Verbindungen, die zu einer Analyseneinheit (40) führt;

   (f) im reaktionsraumausgangsseitigen Hochdruckbereich, d.h. entweder zwischen Ausgang des Reaktionsraumes (20') und Hochdruck-Abscheider (80) oder am Hochdruck-Abscheider, jeweils pro Einheit „Reaktionsraum-Hochdruck-Abscheider", eine Verbindung zu einem (Druck-)Haltegas (50) sowie optional eine Verbindung zu einem (Druck-)Regelfluid (60),

   dadurch gekennzeichnet, dass jede Verbindung (84) zu zumindest einem Niederdruckbereich oder Niederdruck-Abscheider jeweils zumindest einen Restriktor (83) und kein Ventil enthält.

2. Vorrichtung nach Anspruch 1, dadurch gekennzeichnet, dass pro Abscheider (80) jede Verbindung (84) zu einer vorzugsweise mit Gaszuleitung (96) und Gasableitung (97) versehenen Rektifikationskolonne (80') führt.

Vorrichtung nach Anspruch 2, dadurch gekennzeichnet, dass die Vorrichtung zumindest eine Verbindung (83') von der Rektifikationskolonne (80') zu zumindest einem Aufnahmebereich und/oder Analysenbereich für wenig(er) flüchtige Fluide aufweist.

Vorrichtung nach Anspruch 2 oder 3, dadurch gekennzeichnet, dass diese pro Reaktionsraum (20') eine von jeder niederdruckseitigen Rektifikationskolonne (80') abgehende Gasleitung (97) umfasst, welche mit jeweils einer zugehörigen hochdruckseitigen Gasausgangsleitung (27) und jeweils einem Gasmischer (95) in Wirkverbindung steht, wobei die Ausgangsleitung des Gasmischers vorzugsweise zu einer Analyseneinheit (40) führt.

Vorrichtung nach einem der vorstehenden Ansprüche, dadurch gekennzeichnet, dass die gemeinsame Haltegaszufuhr (50) pro Reaktionseinheit bestehend aus jeweils einem Reaktionsraum (20') und der reaktionsraumausgangsseitig angebrachten Haltegaszufuhr jeweils über eine eigene Druckmesseinrichtung (200, 300, ...) verfügt.

Verfahren zum Überführen von Produktfluiden aus dem Hochdruckbereich von zumindest zwei parallelen Reaktionsräumen (20), welches zumindest folgende Schritte umfasst:

(i) Abscheiden von zumindest einer Mulikomponenten-Mischung, die aus zumindest zwei parallelen Reaktionsräumen (20') austritt, in jeweils einen diesen zugeordneten Hochdruck-Abscheider (80), welcher in Wirkverbindung (84) mit einem Niederdruckbereich steht;

(ii) Überführen von leicht(er) flüchtigen, im Wesentlichen gasförmigen Komponenten eines Produktfluids über eine Ausgangsleitung (82) für gasförmige Verbindungen des jeweiligen Hochdruckbereichs des Hochdruck-Abscheiders (80) zu einer Analyseneinheit (40);

(iii) Überführen von wenig(er) flüchtigen Komponenten eines Produktfluids aus dem Hochdruck-Abscheider (80) über eine am Hochdruck-Abscheider be-

findliche bodenseitige, mit Restriktor (83) und keinem Ventil versehene Ausgangsleitung zu einem Niederdruckbereich (84) ;

(iv) Verbinden des reaktionsraumausgangsseitigen Hochdruckbereichs, d.h. entweder zwischen Ausgang des Reaktionsraumes (20') und Hochdruckabscheider (80) oder am Hochdruck-Abscheider, jeweils pro Einheit „Reaktionsraum-Hochdruck-Abscheider", mit einem (Druck-)Haltegas (50) sowie optional mit einem (Druck-)Regelfluid (60).

7. Verfahren nach Anspruch 6, dadurch gekennzeichnet, dass Schritt (iii) so durchgeführt wird, dass sich während des Überführens von Produktfluid ein Zustand einstellt, bei welchem an einem Drucksensor, bevorzugt an einem Drucksensor für die Haltegaszufuhr (50) eine zyklische und/oder oszillatorische Druckänderung messbar ist.

8. Verfahren nach Anspruch 6 oder 7, dadurch gekennzeichnet, dass das über die Verbindung (84) bodenseitig aus dem Hochdruck-Abscheider ausgeschleuste Produktfluid über eine Rektifikationskolonne (80') geleitet und vorzugsweise mit Stripgas/Inertgas überspült wird.

9. Verfahren nach Anspruch 8, dadurch gekennzeichnet, dass das aus der Rektifikationskolonne (80') austretende Stripgas mit dem jeweiligen aus der Abgasleitung (82, 27) der Hochdruckseite ausgeführten Gas zusammengeführt und durchmischt wird, vorzugsweise in einem Gasmischer (95).

10. Verfahren nach Anspruch 8 oder 9, dadurch gekennzeichnet, dass das im Gasmischer (95) vereinigte Gas zu einer Analyseneinheit (40) überführt wird.

11. Verfahren nach einem der Ansprüche 6-10, dadurch gekennzeichnet, dass das Überführen in Schritt (iii) kontinuierlich beziehungsweise weitgehend kontinuierlich erfolgt.

12. Verwendung der Vorrichtung nach einem der Ansprüche 1-5 oder des Verfahrens nach einem der Ansprüche 6-11 zur Entschwefelung, Denitrogenierung oder zum Hydroprozessieren oder zur Untersuchung von Gas-zu-Flüssig-Konvertierungen.