



(12) Wirtschaftspatent

Teilweise bestätigt gemäß § 18 Absatz 1
Patentgesetz(19) **DD** (11) **247 695 B 1**5(51) **C 10 G 73/06**
B 05 B 7/10
B 01 J 2/06
B 01 F 5/20

AMT FÜR ERFINDUNGS- UND PATENTWESEN

(21)	WP C 10 G / 288 775 1	(22)	04.04.86	(45)	21.03.90
				(44)	15.07.87

(71)	VEB Hydrierwerk Zeitz, Zeitz 2, 4900, DD
(72)	Beyerlein, Heinz; Grzwyny, Dieter; Hänel, Rolf, Dipl.-Chem.; Hildebrand, Günter, Dr. Dipl.-Chem.; Hollin, Friedger; Salzmann, Joachim, Dipl.-Ing.-Ök.; Schütze, Konrad, Dipl.-Chem.; Tretner, Lothar, Dipl.-Ing., DD

(54) **Verfahren und Einrichtung zur Herstellung von Paraffin-Lösemittel-Suspensionen**

(55) Paraffin-Lösemittel-Suspensionen, Kreiselkraftdüse, Lösungsmittelaufgabe

(57) Die Erfindung betrifft ein Verfahren und eine Einrichtung zur Herstellung von Paraffin-Lösemittel-Suspensionen für bekannte Maisch-Entölungsverfahren der Paraffinproduktion. Bei dem erfindungsgemäßen Verfahren wird eine Paraffinfraktion durch eine Kreiselkraftdüse mit einem Öffnungsdurchmesser von 2,5 mm verdüst, wobei die Lösungsmittelaufgabe seitlich und tangential in die Zone des Sprühkegels der Kreiselkraftdüse erfolgt.

Patentansprüche:

1. Verfahren zur Herstellung von Paraffin-Lösemittel-Suspensionen durch Kreiselkraftdüsen in geschlossenen Rohren, **dadurch gekennzeichnet**, daß eine 5,5-Ma.-%öhlhaltige Paraffinfraktion der Siedelage 350 bis 430°C mit einem Erstarrungspunkt von 47,5°C verdüst wird.
2. Einrichtung zur Durchführung des Verfahrens nach Anspruch 1, **dadurch gekennzeichnet**, daß eine Kreiselkraftdüse mit einem Öffnungsdurchmesser von 2,5mm eingesetzt wird und die Lösungsmittelaufgabe seitlich und tangential in die Zone des Sprühkegels der Kreiselkraftdüse erfolgt.
3. Einrichtung zur Durchführung des Verfahrens nach Anspruch 1 und 2, **dadurch gekennzeichnet**, daß die Düse auf einen Düsenstock befestigt ist und mehrere, vorzugsweise paarweise Düsenrohre gleicher Dimension zu einer Düsenrohrbatterie zusammengeschaltet werden.

Hierzu 1 Seite Zeichnungen

Anwendungsgebiet der Erfindung

Die Erfindung betrifft ein Verfahren und eine Einrichtung zur Herstellung von Paraffin-Lösemittel-Suspensionen für bekannte Maisch-Entölungsverfahren der Paraffinproduktion.

Charakteristik der bekannten technischen Lösungen

Die Entölung öhlhaltiger Paraffinmassen nach den bekannten Maisch-Entölungsverfahren, unter Verwendung selektiv wirkender Lösemittel, erfordert stets das Einbringen des Paraffinrohstoffes in feinverteilter Form in das Lösemittel in der Art, daß sich mit einem guten Entölungseffekt hohe Durchsatzleistungen der nachgeschalteten Filterapparate bei geringem Energieeinsatz realisieren lassen. Bekannte Einrichtungen wie in der DE-PS 934 660 beschrieben, sind Verdüsungstürme, in denen der flüssige, öhlhaltige Paraffinrohstoff durch Düsen o. a. Zerstäubereinrichtungen versprüht und die Wärme durch vorgekühlte Luft im Gegenstrom abgeführt wird. Das zu Paraffinkügelchen erstarrte öhlhaltige Paraffin wird aus dem unteren, konischen Teil des Turmes über Schleusen in einem Maischgefäß mit Lösemittel zugeführt.

Das offene System des Verdüsungsturmes hat folgende Nachteile:

1. Hoher apparativer Aufwand und entsprechend hohe Instandhaltungskosten
2. Höhere Energiekosten für den Kühlprozeß im Turm beim Einsatz von Kaloriferen zur Abkühlung der Luft
3. Jahreszeitlich bedingte starke Abhängigkeit der Durchsatzleistung infolge unterschiedlicher Außentemperaturen
4. Produktverluste durch Austragen von Feinkornanteilen mit der Kühlluft.

Nach DD-PS 23 649 ist eine Einrichtung bekannt, nach der der Paraffinrohstoff in einem aus dem zum Anmischen vorgesehenen Lösemittel gebildeten Sprühregen verdüst wird. Hierfür ist jedoch ebenfalls ein hoher apparativer Aufwand erforderlich, um möglichen Brandgefahren, die beim Versprühen von Lösemitteln unweigerlich entstehen, wirksam zu begegnen.

Weiterhin ist bekannt, daß zur Herstellung der Suspension der flüssige Paraffinrohstoff in einen, mit einem Rührwerk ausgestatteten Rundbehälter, etwa 10 cm unterhalb der Oberfläche in das gekühlte Lösemittel, mit einer 4,0-mm-Düse versprüht wird, wobei man eine Maische enthält, in der das Paraffin von staubfeiner bis Grieskorngröße enthalten ist. Dieses breite Kornverteilungsspektrum führt jedoch erfahrungsgemäß nur zu einem geringen Entölungseffekt, weil der hohe Grobkornanteil in ökonomisch kurz zu haltenden Verarbeitungszeiten nur ungenügend entölt wird.

In einem weiteren bekannten Verfahren nach DEAS 1241 023 wird eine Sprühkammer verwendet, in der das geschmolzene Paraffin über eine Düsendruppe in strömendes, vorgekühltes Lösemittel verdüst wird, wobei mit wahlweise eingesetzten, unterschiedlichen Düsendrücken von 0,05 bis 0,18 cm und Verdüsungsdrukken von 0,07 bis 1,40 MPa eine Paraffinkörnung von 5 bis 100 µm erreicht wird. Diese Paraffinteilchen agglomerieren nach dem Erstarren zu filterbaren Größen.

Von Entölungsverfahren wird gefordert, daß bei hoher Ausbeute eine zielgerichtete Entölung stattfindet, also Produkte erzeugt werden, deren Qualität im Bereich engbegrenzter Werte liegt. Das wird durch die Wahl einer Anzahl von Entölungsparametern, in erster Linie durch Lösemittelzusammensetzung, Produkt-Lösemittelverhältnis und Entölungstemperatur bestimmt. Da diese Hauptparameter der Entölung festliegen, muß eine geeignete Verdüsungseinrichtung sofort eine Paraffinkörnung liefern, die mit Sicherheit gut filterbar und gezielt entölbar ist.

Diesen Forderungen werden die genannten Verfahren nicht gerecht, da Kornagglomeration fester Teilchen zu filterbaren Größen, insbesondere beim Einsatz einer breiten Rohstoffpalette fraglich sind und eine nachträgliche Korrektur der Teilchenstruktur z. B. durch Änderung der Entölungstemperatur nicht möglich ist.

Nachteilig wirkt sich weiterhin aus, daß sich durch die gruppenweise Anordnung der Düsen in einer Sprühkammer deren Sprühkegel überschneiden und dadurch z. T. eine unerwünschte Zusammenlagerung der Rohstoffpartikel zu größeren Teilchen erfolgt. Diese größeren Kornagglomerate über 1 mm Durchmesser lassen sich bekanntlich nicht hinreichend entölen.

Nachteilig sind weiterhin die unterschiedlichen Strömungsgeschwindigkeiten auf Grund der Geometrie einer Sprühkammer, die zur Sedimentation der spezifisch schwereren Feststoffteilchen führen, so daß die Bildung von Ablagerungen in den räumlichen Zonen mit geringerer Strömungsgeschwindigkeit erfolgt. Eine technisch notwendige Reduzierung des Durchsatzes im betrieblichen Fahrregime ist ebenso schwierig zu realisieren, da sich die Strömungsgeschwindigkeit in der Kammer weiter verringert und damit die Sedimentation noch verstärken würde.

Ziel der Erfindung

Es ist Ziel der Erfindung ein Verfahren und eine Einrichtung zur Herstellung von Paraffin-Lösemittel-Suspensionen zu finden, das mit einem geringen apparativen Aufwand, geringeren Energie- und Instandhaltungskosten, kontinuierlich und ohne Produktverluste eine Paraffin-Lösemittel-Suspension erzeugt, die in der Größe der Paraffinteilchen in einem günstigen Kornspektrum liegt, das sowohl für die Entölung als auch für die Filtrierbarkeit der Suspension optimal ist.

Darlegung des Wesens der Erfindung

Der Erfindung liegt die Aufgabe zugrunde, ein Verfahren und eine Einrichtung zur Herstellung von Paraffin-Lösemittel-Suspensionen durch Kreiselkraftdüsen in geschlossenen Rohren zu entwickeln, das es auf eine einfache und direkte Weise gestattet, die Suspension des Rohstoffes über die geeignete Wahl der Verdüsungparameter, vorzugsweise durch den Druck und die Temperatur des Rohstoffes hinsichtlich der Korngröße so zu gestalten, daß dadurch die Entölung und Filtrierbarkeit optimal gestaltet werden.

Erfindungsgemäß wird die Aufgabe durch ein Verfahren und eine Einrichtung zur Herstellung von Paraffin-Lösemittel-Suspensionen durch Kreiselkraftdüsen in geschlossenen Rohren gelöst, bei dem eine 5,5 Ma.-%öhlhaltige Paraffinfraktion der Siedelage 350 bis 430°C mit einem Erstarrungspunkt von 47,5°C verdüst wird.

Dazu wird eine Kreiselkraftdüse mit einem Öffnungsdurchmesser von 2,5 mm eingesetzt und die Lösungsmittelaufgabe seitlich und tangential in die Zone des Sprühkegels der Kreiselkraftdüse vorgenommen. Nach einem weiteren Merkmal der Erfindung ist die Düse auf einen Düsenstock befestigt und mehrere, vorzugsweise paarweise Düsenrohre gleicher Dimension werden zu einer Düsenrohrbatterie zusammengeschaltet.

Der zu entöhlende Paraffinrohstoff wird dabei bei einem Druck von 0,6 bis 0,8 MPa kegelförmig mit einem Winkel von 60° in das tangential zugeführte und ringförmig kreisende Lösemittel eingespritzt. Das Lösemittel besitzt eine Temperatur von -10°C und wird exakt seitlich des Düsenrohres dem Bereich des Rohres zugeführt, in dem ohne Lösemittelzugabe der Sprühstrahl der Düse auf die Rohrrinnenwand auftreffen würde. Diese Anordnung gewährleistet eine gezielte Zwangsbewegung des Lösemittelstromes und verhindert eine Paraffinablagerung an der Rohrwandung.

Überraschenderweise wurde gefunden, daß bei Anwendung des erfindungsgemäßen Verfahrens und der Verdüsung des Rohstoffes mit Kreiselkraftdüsen, deren Öffnungsdurchmesser mit 2,5 mm einen wesentlich größeren Öffnungsdurchmesser als bisher eingesetzte Düsen aufweist, nicht wie vom Stand der Technik ausgehend erwartet werden konnte bis Grieskorngröße starke Paraffinkügelchen entstehen, sondern ein Kornband im Bereich von 0,05 bis 0,5 mm großen Paraffinpartikeln. Eine durch Paraffinpartikel in dieser Größe aufgebaute Suspension filtriert in technischen Einrichtungen, wie Vakuumdrehzellenfiltern mit hohen Durchsätzen von 260 bis 350 l/m² · h, obwohl die Suspension als fein bezeichnet werden muß.

Weiterhin zeigte es sich, daß mit einer im rechten Winkel senkrecht zur Ausbreitung des Paraffinsprühkegels auf die primär entstehenden Paraffinpartikel vorgenommene Lösemittelzugabe deren weitgehende Zerkleinerung, teilweise Auflösung und starke Entölung bewirkt wird.

Eine nach dem erfindungsgemäßen Verfahren hergestellte Suspension eines Paraffinrohstoffes mit einem Erstarrungspunkt von 47,5°C, einem Ölgehalt von 5,5 Ma.-% und einem Siedebereich von 350 bis 430°C und einem üblichen Lösemittelgemisch für Entöhlungsprozesse besitzt eine sehr gute Filtrierbarkeit und ermöglicht über eine ausreichende Öl-Paraffin-Trennung die Herstellung eines im Ölgehalt zwischen 0,3 und 1,0 Ma.-% niedrigen Paraffins.

Die Verdüsungseinrichtung stellt ein geschlossenes System von 2 bis 10, vorzugsweise 4 bis 6 gleichdimensionierten Verdüsungsröhren dar, wobei durch die Möglichkeit der separaten Zu- bzw. Abschaltung jedes der einzelnen Verdüsungsröhre die Regelung der geforderten Durchsatzleistung der Entöhlungsanlage erreicht wird, ohne daß die optimalen Bedingungen, die für die Ausbildung einer gut entöhlbaren Suspension erforderlich sind, verändert werden.

Die Durchführung des erfindungsgemäßen Verfahrens in einer einfachen Verdüsungseinrichtung geschlossener Bauart gewährleistet den Einsatz im Öffnungsdurchmesser auf 2,5 mm vergrößerter Kreiselkraftdüsen, das verlustlose Eintragen des Rohstoffes in das Lösemittel und die Erzeugung gleichmäßig zusammengesetzter Suspension. Weiterhin werden für die Errichtung und das Betreiben des Verfahrens und Einrichtungen gegenüber bekannten technischen Lösungen geringere Kosten für den Aufbau und die Instandhaltung benötigt. Durch die geschlossene Bauart werden wesentliche Vorteile für die brandschutztechnische Sicherheit erreicht.

Ausführungsbeispiel

Sechs gleich dimensionierte und ausgerüstete Verdüsungsröhre (8) (Bild 1) werden paarweise mittels eines zweigliedrigen Sammlers (4) in einer Düsenrohr-Batterie (Bild 2) zusammengeschaltet und kaskadenförmig mit dem Maischgefäß (5) einer Entöhlungsanlage verbunden. Jedes der Verdüsungsröhre (8) ist mit einer separat zuschaltbaren, mantelbeheizbaren Rohstoffleitung (1) und einer Lösemittelleitung (11) ausgerüstet. Die Rohstoffleitung (1) ist axial in das Verdüsungrohr eingebunden und trägt den Düsenstock (6), ein Zwischenstück zur Aufnahme der Kreiselkraftdüse mit gutem Wärmeleitkontakt. Die Düse besitzt einen Öffnungsdurchmesser von 2,5 mm und erzeugt einen 60°-Hohlkegel (9) und ist an der Stirnseite des Verdüsungsröhres (7) so angebracht, daß die Düsenspitze mit der Stirnseite des Rohres abschließt und damit gewährleistet ist, daß der Paraffinrohstoff in der Düse ständig bleibt und dadurch gleichmäßig versprüht wird. Für die Verdüsungsröhlänge hat sich bezüglich einer gleichmäßigen Vermischung der Suspension und eines hohen Entölungseffektes eine Baulänge von 650 mm eines Rohres der NW 125 bewährt.

Durch die Rohstoffleitung (1) wird bei einer Temperatur von 62°C eine öhlhaltige Paraffinfraktion der Siedelage 350 bis 430°C mit einem Erstarrungspunkt von 47,5°C und einem Ölgehalt von 5,5 Ma.-% aufgegeben. Das auf -10°C vorgekühlte Lösemittel, das aus 52,7 Vol.-% Toluol, 46 Vol.-% Aceton und 1,3 Vol.-% Wasser besteht, wird über die tangential eingebundene Lösemittelleitung (11) mit einer Strömungsgeschwindigkeit von 0,02 m/s exakt in der Zone des Rohres zugeführt, in der ohne Lösungsmittelzugabe der Sprühstrahl der Düse auf die Rohrrinnenwand auftrifft.

Für den sicheren Betriebsablauf sind weiterhin bei Bedarf zuschaltbare Dampfzuführungen (10) zur Reinigung der Lösemittel- (11) bzw. Rohstoffleitung (1) und eine Inertgas-Atmungsleitung (12) auf dem Maischgefäß (5) sowie eine Lösemittel-Spülleitung (13) erforderlich.

Die Düsen zur Zerstäubung der Paraffinfraktion werden mit einem Druck von 0,8 MPa betrieben, wodurch ein Durchsatz von 1300 l/h erreicht wird, während das seitlich und tangential zugeführte Lösemittel in einer Menge in Höhe des dreifachen Wertes des Rohstoffes zudosiert wird. Die aus der Apparatur in das Maischgefäß abfließende Suspension besitzt eine Temperatur von +15°C und wird nach einer Verweilzeit von etwa 30 Min. nach Durchlauf einer Maischmühle (14) mittels Verdrängerpumpe (15) über einen Kratzkühler zwecks weiterer Temperaturabsenkung auf +8°C dem Vakuumdrehzellenfilter zugeführt. Nach Abtrennung des ölreichen Filtrates und armen Filterkuchens in der Filterstufe erfolgt die Lösemittelabtrennung aus den beiden Produkten in mehrstufigen Verdampferanlagen. Das lösemittelfreie, entölte Paraffin wird mit einer Ausbeute von 85% gewonnen und besitzt folgende Kennwerte:

Erstarrungspunkt	= 50°C
Ölgehalt	= 0,7%
n-Alkangehalt	= 98%

C-Verteilung der n-Alkane

C ₁₇	0,1%
C ₁₈	0,1%
C ₁₉	0,5%
C ₂₀	2,5%
C ₂₁	6,3%
C ₂₂	11,8%
C ₂₃	12,8%
C ₂₄	17,7%
C ₂₅	12,2%
C ₂₆	13,0%
C ₂₇	7,9%
C ₂₈	7,5%
C ₂₉	3,4%
C ₃₀	2,6%
C ₃₁	1,0%
C ₃₂	0,5%
C ₃₃	0,2%
C ₃₄	0,1%

Das lösemittelfreie Filtratöl weist einen Erstarrungspunkt von 30°C auf und wird als Heizölkomponente verwendet.

Das entölte Paraffin wird mit gleichen Anteilen des Rohstoffes gemischt und besitzt mit nachfolgenden Kennwerten die stofflichen Eigenschaften, die an ein gütegerechtes Oxidationsparaffin gestellt werden:

Erstarrungspunkt	= 49°C	Extinktionskoeffizienten
Ölgehalt	= 2,6%	$\epsilon_{300} = 0,040$
Oxidations-Test	= 26,0	$\epsilon_{325} = 0,020$
(SZ 70 in h)		Siedeanteile (%) = 0
		(> 300°C; 15 Torr)

Die Ausbeute des auf diesem Wege gewonnenen Oxidationsparaffins beläuft sich auf 92,5%.

247695

Bild 1

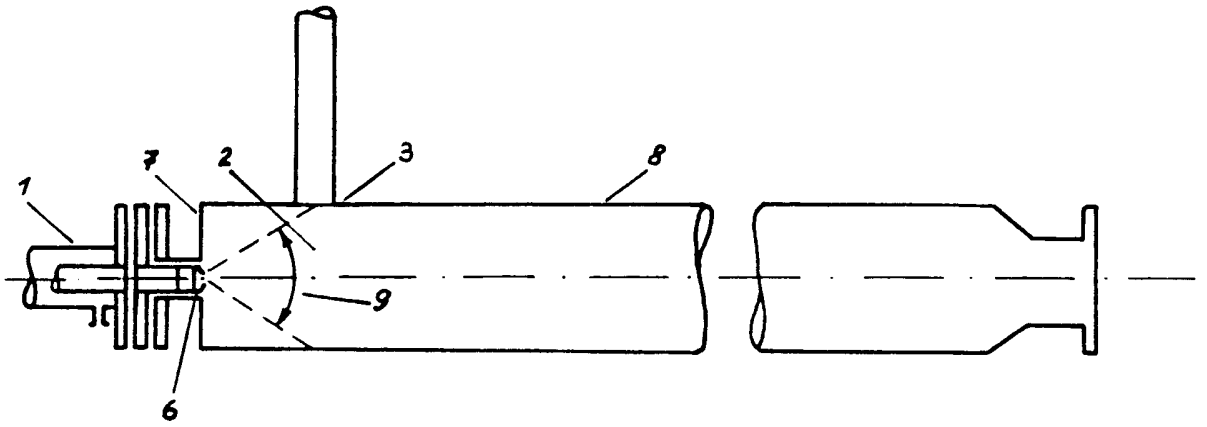
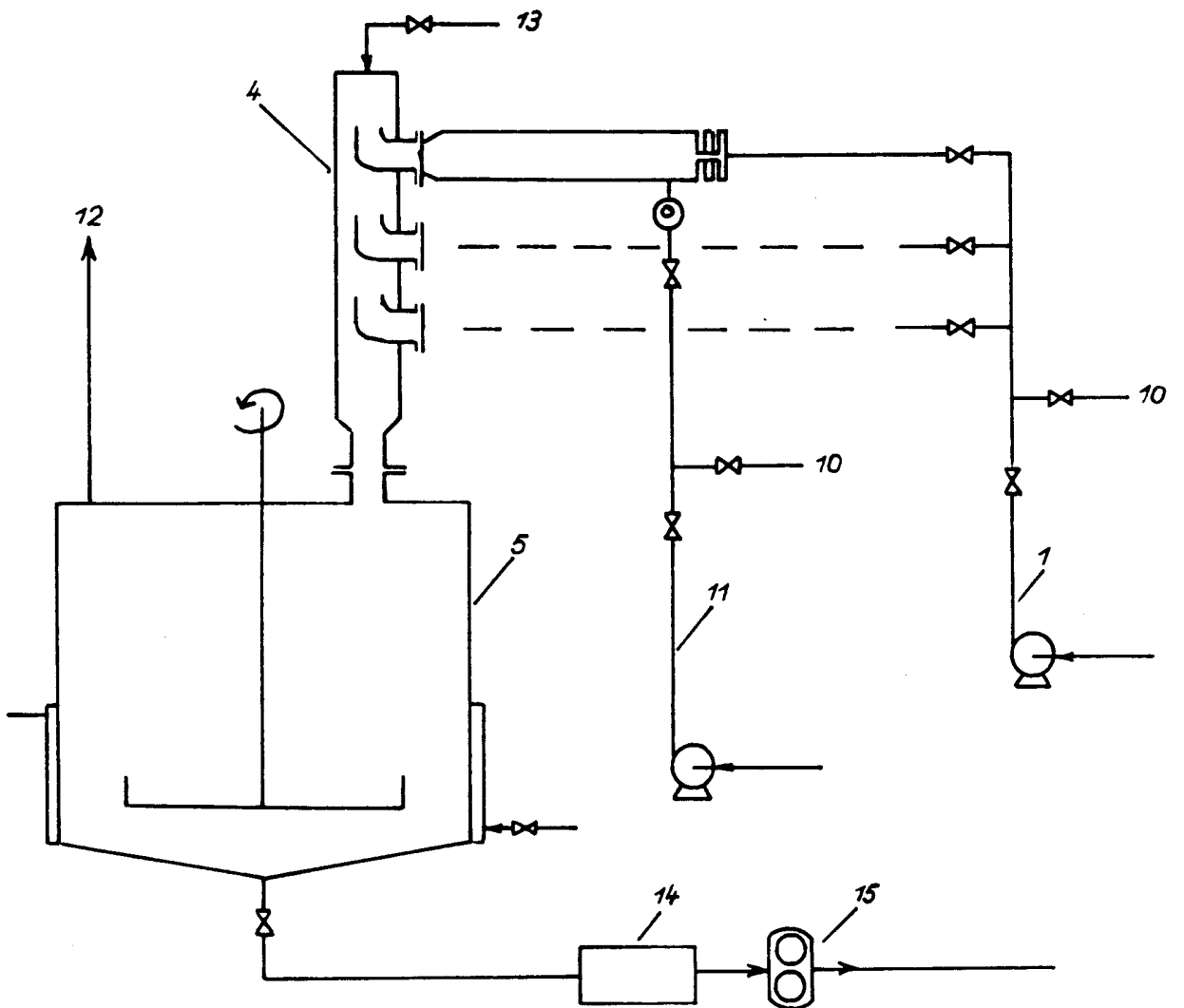


Bild 2



- APR 1960 * 661843