

TITLE PAGE

(15. Katalytisches Kracken von Kogasin in
1tr.-Ofen über Magnesiumsilikat und
Superfiltral.

Cracking of kogasin over magnesium
silicate and superfiltral.

Frame Nos. 114 - 122

14

A III 1

000114

22. November 1939

f. Simon

Magnesiumsilikat

Katalytisches Kraacken von Kogasin in 3 ltr.-Öfen

Über Magnesiumsilikat und Superfiltröl.

A. Kraacken über Magnesiumsilikat, gute Charge (Tab. 2).

Für die Erprobung von Mg-Silikat in den 3 ltr.-Öfen waren zuerst schlechtere Kontaktchargen eingesetzt worden (Bericht vom 25.7.39), um den guten Kontakt durch falsche Regeneration nicht zu gefährden. Nachdem die Regeneration erprobt war, wurde nunmehr eine gute Kontaktcharge eingesetzt.

Beim Kraacken von Kogasin II gab die gute Charge im 7. und 8. Lauf ¹⁾ bei 420° und Durchsatz 1 im 1. und 2. Lauf folgende Ausbeuten (vgl. Tab. 2)

- 23-24 % Benzin (62 % -100; S.P. 290
O.2.Mot. 75-76, mit 0.075 ltr. Öl)
- 4-5 % Flüssiggas
- 1 % Gas
- 3 % Koks + Verlust.

) Im ersten Lauf gibt der Kontakt bereits bei 400° eine gute Umsetzung und zugleich bessere Produktverteilung. Es handelt sich hier wahrscheinlich um eine Aktivitätsspitze, die nur im ersten Lauf und auch da nur bei geringer Kontaktlastung (entweder sauberes Öl oder sehr kurze Fahrdauer) beobachtet wird. Von anderer Seite (Standard) liegen ähnliche Beobachtungen beim Fahren mit bewegtem Kontakt vor. Ist diese Aktivitätsspitze bei hohem Kontakt : Öl Verhältnis (entsprechend kurzer Fahrdauer) wirksam wird.

11/2/39

Ein Vergleich mit den Ergebnissen der 400 ccm-Ofen (Ber. v. 12.4.39) zeigt, dass die 3 ltr.-Ofen nur wenig schlechter liegen als jene:

Ofenart	3 ltr.	400ccm
Temperatur	420°	430°
Benzin %	23-24	27
Flüssiggas %	4-5	7
Gas %	1,0	0,5
Koks + Verl. %	3	1,5
Mittelöl %	68	64
Benzin % vom „Verbrauchten“ Öl	73,5	75

Abgesehen von der im 400 ccm-Ofen höheren Spaltung, die auf die um 10° höhere Temperatur zurückgeführt wird, besteht der Unterschied beim 3 ltr.-Ofen im höheren (Koks + Verlust)-Be-trag, der wahrscheinlich sowohl auf etwas mehr Manipul- ons-verluste, als auch auf etwas mehr Koks zurückzuführen ist, und in der höheren Gasbildung.

Die erhöhte Gas- und Koksbildung ¹⁾ dürfte auf die im grösseren Ofen ungleichere Temperaturverteilung zurückzuführen sein. Die Einhaltung einer gleichmässigen Temperatur ist ins-fern besonders schwierig, als bei der kurzen Laufzeit keine stationäre ^{Einstellung} Laufzeit erreicht wird, sodass nicht nur die räum-liche Temperaturverteilung über die Länge des Kontaktes, son-dern auch die zeitliche Temperaturverteilung zu beachten ist.

¹⁾ Nach aller bisherigen Erfahrung gehen Gasbildung und Koke-bildung immer zusammen.

Im 3-ltr.-Ofen wird im allgemeinen die Temperatur auf $\pm 10^\circ$ eingehalten, während sie im 400 ccm-Ofen auf $\pm 2^\circ$ eingehalten wird.

B. Kracken über Magnesiumsilikat, schlechtere Chargen (Tab. 3).

Unter diesen Versuchen ist Vers. 2237 (Tab. 3, erste Spalte) bemerkenswert, wo die Temperatur (durch Irrtum und schlechtes Fahrten) bis ca. 480° kam, was zwar zu einer beträchtlich erhöhten Koksbildung führte, dafür aber bei hohem Umsatz ein olefinarmes, hochklopfestes Benzin lieferte. Bisher war ein hochklopfestes, olefinarmes Benzin aus Kogasin nur beim Fahren unter Druck erhalten worden. Das drucklos erhaltene olefinarme Benzin ist den besten Benzinen aus Druckversuchen gleich. Aber auch die Koksbildung ist etwa so hoch wie bei den Druckversuchen, sodass ein olefinarmes, hochklopfestes Benzin aus Kogasin in jedem Falle nur unter erheblichen Koksverlusten gewonnen werden kann.

Das Verhalten des Ofens zeigte zugleich, dass oberhalb 460° die sonst endotherme Krackreaktion ins exotherme umschlägt, offenbar mit dem Einsetzen der starken Koksbildung¹⁾.

Die weiteren Versuche mit dieser Kontaktcharge gaben nur geringen Umsatz. Anscheinend ist der nach dem ersten Versuch stark koksbeladene Kontakt schon bei der ersten Regeneration geschädigt worden. Infolge des geringen Umsatzes fallen die Verluste stark ins Gewicht. Die tatsächliche Koksbildung dürfte ca. $\frac{1}{3}$ der Koks + Verlust Zahlen betragen.

1) Die Umwandlung von Kohlenwasserstoff in Koks + Methan ist exotherm.

Im zweiten Teil von Tabelle 3 sind Ergebnisse mit einer Kontaktcharge angeführt, die schon in den Kleinversuchen mehr Gas gegeben hatte. Dies bestätigte sich im 3 ltr-Versuch, indem die Gasbildung etwa auf das 2,2 fache anstieg. Gleichzeitig ist die Spaltung geringer als beim guten Kontakt.

Die beiden hier genannten schlechten Kontaktcharges (688) unterscheiden sich in der Herstellungsweise etwas von der guten Charge (690)¹⁾, trotzdem ist der Grund für das schlechte Verhalten von 688 noch unklar, da u.a. auch sehr gute 688-Chargen erhalten worden sind. Im Ganzen scheint es so zu sein, dass 688 empfindlicher ist, sowohl gegen Fehler in der Herstellung, als auch gegen starke Beanspruchung beim Fahren und Regenerieren.

Die erhöhte Gasbildung kann evtl. durch Spuren von Schwermetallen verursacht sein, da Zusätze von Schwermetallen zu guten Kontakten ebenso wirken, wobei zugleich die Spaltwirkung zurückgeht.

C. Superfiltröl (Tab. 4).

Über (gebrauchtem) Superfiltröl gibt Kogalin II auch bei 460° und etwas kleinerem Durchsatz (0,8) bedeutend weniger Benzol, als Über gutem Mg-Silikatkontakt bei 420°. Die Gasbildung ist dabei höher, während die Koksbildung bezogen auf Benzol etwas gleichhoch ist.

Die Jodzahl des Superfiltrölbensins (180) ist aber erheblich höher, als die des über Si-Mg erhaltenen Benzins (105).

¹⁾ Zugestellt v. 20.9.38 Typen von Silikatkontakten: 690 ist mit Schlitzen und Kochen, 688 ohne Erhitzen.

Zusammenfassung.

Kogasin II gibt im 3 ltr.-Ofen mit gutem Mg-Silikatkontakt beinahe dieselben Ausbeuten wie im 400 ocm-Verzuch. Noch vorhandene Unterschiede sind auf die schlechtere Temperaturverteilung im 3 ltr.-Ofen zurückzuführen.

Aus Kogasin II kann ein olefinarmes, zugleich hochklopffestes Benzin durch Fahren über Mg-Silikat bei ca. 480° erhalten werden. Das Benzin gleicht den besten bisher durch katalytisches Kracken unter Druck erhaltenen Benzinen, aber die Koksbildung ist ebenshoch wie bei der Fahrweise mit Druck.

gez. Schneider

000119

Tabelle 1.

Katalytisches Cracken von Kogassin.
 =====

Ausgangsprodukt

Kogassin-Fraktion 225-325°.			
Spez. Gewicht 0,778	Siedebeginn 233°	-	
Anilinpunkt 87,2°	%	-250	14,0
	%	-275	55,0
	%	-300	82,5
	%	-325	96,5
	%	-328	99,0
	Rückst.		1,0

000120

Tabelle 2.

Katalytisches Cracken von Kogasin.

Magnesiumsilikatkontakt - Gute Charge.

Kontakt (690e 11.-23.II.) 2,5 ltr.

Durchsatz 1,2 Vol 0,95 Gew. (kg/ltr/Std.) Dauer 1 Stunde.

Versuchs-Datum und Nummer	23.8./322B		4.9./323A		6.9./3235	
Kontakt-Lauf Temperatur °C	1 405°		7 420°		8 420°	
Ausbeuten	vom eingehenden Öl	vom verbrauchten Öl ¹⁾	vom eingehenden Öl	vom verbrauchten Öl	vom eingehenden Öl	v. verbrauchten Öl
Benzin -190 %	22,0	81	23,1	73,5	23,8	73,5
Flüssiggas %	1,8	6,5	4,1	13,0	4,5	13,5
Gas %	0,8	3,0	1,1	3,5	1,0	3,0
Koks + Verl. ²⁾ %	2,6	9,5	3,1	10,0	3,2	10,0
Mittelöl %	72,8	-	68,6	-	67,5	-
Benzin spez. Gew.	0,688		0,680		0,686	
A.P.	57,5		51,6		52,0	
Siedebeg. °C	35°		27°		29°	
% -100	50,0		61		62,5	
Endpunkt °C	192°		197°		190°	
Sieverlust %	7,0		5,5		5,0	
Jodzahl	80		105		103	
O.Z. Mot. + 0,09 Pb	72		75		76	
	87,5		86,5		86	

1) „verbrauchtes Öl“ = eingehendes Öl abzüglich erhaltenen Mittelöl

2) 1-2 % vom eingehenden Öl sind als Manipulationsverluste anzunehmen.

000121

0001

Katalytisches Kracken

Magnesiumsilikatkontakt.-

Durchsatz 1,2 Vol 0,99 Gew. (g)

Kontaktcharge	mittelgut 688 v.24.1. - 2,5 ltr. -					
Vorg. Datum/Nummer	21.7./2237		1.8./2238		2.8./2239	
Kontaktlauf	1		2		3	
Temperatur °C	460		410		415	
Ausbeuten	benz. auf Olein- eingang	benz. auf Olver- brauch	Olein- gang	Olver- brauch	Olein- gang	Olverbrauch
Benzin -190 %	32,4	57	14,0	74,0	17,0	78
Flüssiggas (C ₃ C ₄) %	10,1	18	0,8	4,0	1,5	6,5
GBH %	2,6	4,5	0,3	1,5	0,5	2,0
Koks + Verl. %	11,7	20,5	3,9	20,5	3,1	13,5
Mittelöl %	43,2	-	81,0	-	76,9	-
Benzin spez. Gew.	680		702		682	
n.P.	56,5		55		53	
% -100	67		61		56	
ndp.	196		196		196	
Jodsahl	32		90		136	
0.2. Not.M.	74		70		72	
" "	87,5		-		-	
+ 0,09 Pb	77,5		-		-	
Red.M.	-		-		-	
Bemerkungen:	durch hohe Temp. starker Umsatz mit starker Spaltung und erhöhter Koks- bildung. Benzin hat hohe 0.2., (bes. mit Pb) und wenig Olefin.		Kontakt ist anscheinend be- schädigt (unvorsichtige Rege- ledation nach Vers. 1 ?). Wegen des geringen Umsatzes fallen die Manipulationsverluste stark ins Gewicht. Die Koksbildung beträgt etwa 73 der für (Koks + Verlust) angegebenen Zahlen.			

000121

000121

Loches-Kraaken von Kogasin.

Tabelle 3.

Schlechterer Kontakt. - Schlechtere Chargen.

, 2 Vol. 0,95 Gew. (kg/ltr./Std.) Dauer 1 Stde.

80 % wirksam, Gasbildend 688 v.2.2. - 2,5 ltr.									
		15.8./2245		17.7./3219		18.7./3220		19.7./3221	
		9		1		2		3	
415		430		460		430		430	
n-	Ölverbrauch	Ölein- gang	Ölver- brauch	Ölein- gang	Ölver- brauch	Ölein- gang	Ölver- brauch	Ölein- gang	Ölver- brauch
78		(15,3)	(74,5)	26,0	64	17,5	72	16,1	71,5
6,5		1,9	9,0	(6,8)	16,5	2,0	8	1,8	8
2,0		0,5	2,5	(3,3)	8	2,0	8	1,8	8
13,5		2,9	14,0	(4,6)	11,5	3,0	12	2,9	12,5
-		79,4	-	59,3	-	75,4	-	77,5	-
682		678		680		681		684	
53		47,5		45,5		49		50	
56		62,5		60		55		52,5	
196		<u>172</u>		194 ^o		190 ^o		193 ^o	
136		145		131		129		122	
72		75,5		75,5		74,5		74,5	
-		-		-		-		-	
-		-		84		-		-	
scheinend be- achtliche Rego- ration (1 ?). Wegen dieser fallen überlunte stark Kokabildung vor für (Koks + anderen Zuhlen.		1/0er Benzin hat höhere O.Z.		zuviel Gas und Koks		normale Bedingungen (abgesehen vom schlechten Kontakt)			
				infolge höherer Temp. sehr viel C ₃ C ₄ bei gutem Umsatz.					

000122

Tabelle 4.

Katalytisches Kraoken von Kogasin.

Superfiltralkontakt.

Kontaktvol. 3 ltr.

Durchsatz: 1 Vol; 0,78 Gew. (kg/ltr/Std.) Dauer 1 Std.

Versuchs-Datum und Nummer	14./17.7. 1180-81		14./17.7. 4068-69	
Temperatur °C	460		460	
Ausbeuten	vom Öl- Eingang	vom Öl- Verbrauch	vom Öl- Eingang	vom Öl- Verbrauch
Benzin -190 %	11,9	70,5	13,7	65,5
Flüssiggas (C ₃ O ₄) %	2,2	13	2,9	14
Gas %	1,6	9,5	1,9	9
Koks + Verl. %	1,2	7	2,4	11,5
Mittelöl %	83,1	-	79,1	-
Benzin spez. Gew.	0,685		0,683	
A.P.	35		38	
% -100	60,0		63	
Endpunkt	195		195	
Jodzahl	184		180	
Okten-Zahl	-		-	