

TITLE PAGE

Katalytische Crackversuche im 40-Liter-Schalenofen
(201 S).

Cracking Experiments in 40-Litre Oven with
Regulated Temperature of Catalyst Pillars

Frame Nos. 655-657

Katalytische Krackversuche in 50 Ltr.-Schleusenofen (201.3).

Der im Dezember vorigen Jahres in Lu 498 fertiggestellte Schleusenofen von 50 Ltr. Inhalt für katalyt. Krackversuche, v. d. d. 11.12.42 Dr. Frey 209041 ist in der Folgezeit unter verschiedenen Bedingungen gefahren worden.

Durch den Mangel an geeigneten Heizmanteln waren in der ersten Zeit wiederholte Stilllegungen nötig, wodurch erhebliche Verstopfungen in der dauernden Inbetriebnahme eintraten. Ausserdem zeigten sich beim Fahren einige unvorhergesehene Schwierigkeiten, die Änderungen des Ofens nötig machten.

Die Verwendung von T-Füllern (statt Kugeln), die sich beim probieren Schliessen des Kontakts ohne Oelinspritzung gut bewährt hatte, war auch beim Übergang auf Oelinspritzung ohne jede Komplikation möglich. Verstopfungen oder Stauungen im Katalysatorbett wurden in keinem Fall beobachtet. Strahlter Anrieb bei Oelinspritzung konnte noch nicht beobachtet werden, allerdings fehlen noch genaue quantitative Ermittlungen.

Für die ersten Krackversuche wurde Ferrana (K 6108) als Katalysator benutzt, da von dem synthetischen Si-Al-Katalysator (K 6752) benötigte Mengen (der Ofen benötigt für kontinuierliches Fahren ca. 1 cbm Katalysator) noch nicht verfügbar waren. Inzwischen ist die halbtechnische Herstellung des K 6752 erfolgreich aufgenommen und der K 6108 gegen K 6752 ausgewechselt worden.

Bei K 6108 wurde in der Regel mit einem Katalysator-Durchsatz von 50 Ltr. pro Stunde ($Du = 1$ Vol. Kat/Vol. Ofenraum) und einem Öldurchsatz von 25 Ltr. pro Stunde ($Du = 0,5$ Vol. Öl/Vol. Ofenraum) gefahren.

Die Beheizung des Ofens erfolgte bis vor kurzem mit alten, in Betrieb vorhanden gewesenen Heizmanteln, die knapp eine Höchsttemperatur von 420°C zu erreichen gestatteten. Diese für K 6108 sehr niedrige Kracktemperatur konnte meistens nur 1 bis 2 Stunden gehalten werden infolge Überbeanspruchung der Heizwicklungen, was nach dieser kurzen Zeit an irgendeiner Stelle die Wicklung durchgebrannt. Mittelsweile sind die alten unzureichenden Heizmantel durch neue ersetzt worden, die die einwandfreie Einhaltung von Temperatur, auch oberhalb 420°C ermöglichen.

Eine andere Schwierigkeit zeigte sich bei der Aufheizung von aus dem Vorratsbunker in die Ofenzone zutretenden Katalysators. Diese Aufgabe wird erfolgt in einem Zwischenbunker durch Abzug- und Inneinblasen. Das Heizelement für die Innenbeheizung ist ein Stabheizrohr, und in einem zylindrischen Mantel aus V₂A-Blech untergebracht. Beim Kracken strömt Öl aus dem Ofen bis in den Zwischenbunker herab und gelangt an diesen durch vertikale Stellen (Schweißnähte) des V₂A-Blech bis zu den Innen-

hinter, auf dem sie zu Kohl verkrustet sind durch Bildung eines Schmelzen über der Heizfläche, die zu Koksverlusten und Durchschmelzen der Heizflächen, führt. Durch Anwesenheit des undichten Abdichtens ist dieser Übelstand jetzt auch beseitigt.

Die Auflagerung der Krockprodukte geschah über eine im Drahtgitter mit dem Einspritzöl stehende Leitung. Der sehr kleine wesentliche eigentliche Wärmeaustauscher ist für Hochdruckapparate geschaffen worden und hatte einen Rohrquerschnitt. Der Katalysator hat trotz sorgfältigen Absiebens immer etwas Staubgehalt und dieser Staub wird von den Gittern abgerieben. Er setzt sich an engen Stellen der Ausspannleitungen ab. Dies geschah vornehmlich in den erwähnten Wärmeaustauscher, der deswegen entfernt werden mußte. Weiterhin stellen, an denen Staubablagerungen festgestellt wurden, waren Engpässe in Ventilen, sowie die ringförmige Ableitung für die Krockprodukte im Katalysatorraum des Ofens. An letzterer Stelle wurden die Ablagerungen besonders unangenehm, weil hier durch die mit ziemlicher Gasgeschwindigkeit ausströmende Krockprodukte auch Katalysatorpillen abgerieben wurden, die den Leitungsquerschnitt gleich so stark verengten, daß in kurzer Zeit durch ganz geringe Staubeinengen völlige Verstopfung eintrat. Diese Schwierigkeit konnte dadurch behoben werden, daß die Ringleitung mit einem Schutzblech abgedeckt wurde. Die gesamte Ableitung der Krockprodukte wurde auf einen Durchmesser von 1 Zoll gebracht.

Durch Verstopfung der Gasumseite des Ofens entstand naturgemäß sofort mehr oder weniger starker Druck, der ein Durchschlagen der Dämpfe in die Ausschleisvorrichtung zur Folge hatte. Dadurch kam der Katalysator bei solchen Störungen vollkommen Ölansicht und aus dem Ofen und die Verluste an Produkt wurden erheblich. Es wird zwar, um ein Durchschlagen der Dämpfe in die Ausschleisvorrichtung zu vermeiden, dauernd mit Stickstoff, entgegen der Gasumrichtung des Katalysators, gedreht, doch reicht bei nur geringen Verstopfungen der für das ausschleisende Druckfass zulässige Druck nicht mehr aus, um ein Durchtreten von Ölansatz nach unten zu verhindern. Bei dem durch vorhandenes Material weitgehend gegebenen Bauart des Ofens, die so hoch und so eng ist, ergibt sich zwangsläufig bereits ein gewisser Widerstand für die Krockprodukte durch die hohe Katalysatordichte, die durchströmt werden muss. An der Einspritzpumpe stellt sich beim Fahren ein Druck von 2 atm ein, der Druck des Öl- H_2 wird auf 0,1 bis 0,2 atm eingestellt, was meistens genügt, um Ölansatz zu verhindern.

Bei Neuconstruction eines Schlangensofens für katalytischen Cracken sollte unbedingt eine kurze, breite Crackzone mit langer und verhältnismäßig enger Katalysator-ein- und -austritt gewählt werden, um möglichst geringen Widerstand für die Dämpfe im Ofen zu bekommen. Zweckmäßig wäre auch ein Zuführen von Katalysatorstaub an der Austrittsstelle des Katalysators aus der Reaktionszone. Hierdurch würde ein Durchschlagen von Öl nach unten hin auch ohne Verwendung von Spaltstickstoff vermieden (s. Zeichnung). Die Abtrennung des Staubs von den Pillen ist durch Einbau einer einfachen Siebvorrichtung ohne jede Schwierigkeit vor der Regeneration der Pillen möglich.

Die Krockverstaube wurde bisher nur ein Reaktor mit 100 Liter (P 1538) benutzt.

Tabelle 1 enth. lt die Daten des Einspritzöls und die Ergebnisse der ersten 13 Versuche.

Bei den Versuchen 1 mit 6, die mit einem Katalysatordurchsatz von 1 Vol/1 Vol. Ofenraum und Stunde und einem Öldurchsatz von 0,5 Vol/ Vol. Ofenraum und Stunde gefahren wurden trat nach längerer oder kürzerer Betriebszeit Verstopfung ein. Es traten Öldämpfe am Kontaktauslass aus, wodurch mehr oder minder große Verluste an Produkt sowie eine Beeinflussung der Zusammensetzung des Abfallproduktes verursacht wurde. Zwischen den einzelnen Versuchen wurden Änderungen am Ofen vorgenommen, um die Ursachen der Störungen zu beseitigen.

Nach Vers. 2 wurde die Wasserkühlung des den Reaktionsraum verlassenden Katalysators abgestellt.

Nach Vers. 4 wurde statt der Kühlstrecke eine Beheizung eingebaut. Von Vers. 6 an wurde in Raum der jetzt beheizten früheren Kühlstrecke aus 2 Ringleitungen H_2O , der auf 420° erhitzt war, eingeblassen und der Wärmeaustauscher ausgebaut.

Vers. 7 verlief ohne Störungen und dürfte die beim Schloosen erzielbaren Versuchsergebnisse für K 6108 richtig wiedergeben.

Bei Vers. 8 mit 10 wurde der Katalysatordurchsatz verdoppelt. Hierbei trat wieder Öl mit dem verbrauchten Katalysator aus. Die Ringleitung für den Produkt-austritt wurde mit einem Schuttschlech verkleidet.

Ab Vers. 11 wurde K 6752 statt K 6108 gefahren.

Bei Versuchen 11 bis 12 wurde der Öldurchsatz verdoppelt was besonders starken Öldurchtritt am unteren Ofenteil zur Folge hatte, der bei Vers. 12 durch eine Verstopfung des Produktananges noch erheblich größer wurde.

Bei Versuch 13 war ebenfalls Verstopfung eingetreten.

Die in Tabelle 1 angegebenen Versuchsergebnisse und Produkteigenschaften sind daher mit Ausnahme von Vers. 7 - als nicht einwandfrei anzusehen.

Der für die Versuche verwendete K 6108, der teilweise stark ölhaltig war, wurde in der Kolzerdefabrik Beh 38 in einem dort vorhandenen Schloosenofen von 60 Liter Inhalt regeneriert. Es stellte sich nach der Regeneration heraus, daß dieser Ofen nicht nur sulfidfreien Material bentand. Die Folge war, daß der Kontakt bei der Regeneration stark mit Fe_2O_3 verunreinigt wurde und rotbraune Farbe bekam. Eine Aktivitätsprüfung der regenerierten Katalysatoren im 3 Liter-Glas zeigte demgegenüber einen katastrophalen Rückgang der Spaltleistung.

Die Prüfung hatte in 2 Versuchen folgendes Ergebnis bei T 1330 0/081:

Katalysator	K 6108 in Bau 38 regeneriert		K 6108 normal regeneriert	
	420°	420°	420°	420°
Temp.				
D ₁ (V/V/std.)	1	1	1	1
Dauer, Std.	1	1	1	1
% Si - 180°	13,7	9,3	21,0	21,5
% Al	21,0	32,3	72,1	61,6
% C_2H_4	0,6	0,6	3,1	3,2
% Gas-Konz. Wert	4,7	4,5	3,8	3,2
Spalt-Gew. Anfall	0,332	0,334	0,322	0,324
A-Konz.	11,5%	9,7%	22,3%	22,7%
Werk. Nr.	4619	4620	2708	2717

Erklärung:

a ist der innere Teil des
 Schleusofens oder des Katho-
 lysators liegt gelöst ist
 und so dem sich die Ring-
 leistung d. für den Umlauf
 befindet. Dieser Teil wird
 der in einem engeren oben
 erwarteten Teil in den
 feiner Kontakt das die
 anderen inneren Material ge-
 fordert wird das unvollkom-
 me Gut macht sich in die
 Rollen beim Kontakt mit
 ihnen und so ist es eine
 Art von Umlauf von den
 rotierenden Rollen wird
 durch das Abstreifen des
 eine bestimmte Menge der
 Teilbarkeit abtrennen der
 und eine nicht veränderte
 die Menge abtrennen

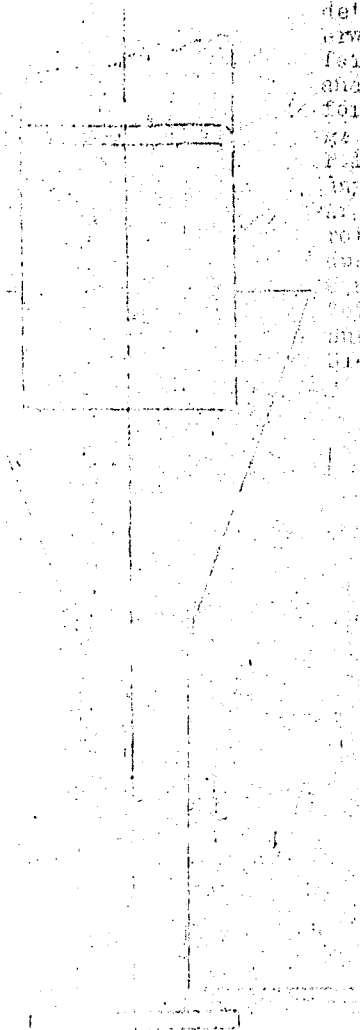


Tabelle 1.

Schleusofen 701 S

F 1338 Reitbrook Gasöl

Katalysator Temp.	K 6108 T-Pillen 420°										K 6752 T-Pillen 420°		
	0,5	0,5	0,5	0,5	0,5	0,5	0,5	0,5	0,5	0,5	1	1	0,5
Du (Öl)v/v/Std.	0,5	0,5	0,5	0,5	0,5	0,5	0,5	0,5	0,5	0,5	1	1	0,5
Du (Kat) "	1	1	1	1	1	1	1	2	2	2	1	1	1
Dauer (Std)	5	3	2	1,5	1,5	2	3	2	4	1	1	1,5	1
Vers. Nr.	1	2	3	4	5	6	7	8	9	10	11	12	13
Einspr. kg.	134	84,5	51,5	36,0	34,5	48,0	75,5	48,0	99,72	22,5	42,8	54,4	17,5
Anfall kg ohne Gasöl	92,6	53,65	46,21	27,0	28,8	40,8	70,9	41,65	83,09	19,0	33,5	26,4	8,9
Spez.Gew.Anf.	0,828	0,822	0,830	0,820	0,808	0,813	0,818	0,832	0,834	0,826	0,826	0,824	0,790
Gas (Liter)	7000	7425	6000	2500	1800	—	8000	10380	22500	6450	3800	6700	1350
Gew. % Ausb. (fl)	69	63,3	89,9	75,0	83,4	85,0	93,8	87,0	83,5	84,5	78,2	48,4	50,9
% Bi -180°	13,7	18,2	18,6	20,1	30,0	28,9	29,5	15,6	20,6		22,3	16,8	
% M1 bez. a. Ein- spr.	55,1	45,0	70,9	54,4	53,0	55,8	64,0	71,1	63,0		56,0	31,6	
% Gas+Koks + Verl.	31,2	36,8	10,5	25,5	17,0	15,3	6,5	13,3	16,4		21,7	51,6	
Bi-Kons. G+K+Verl/ Bi+G+K+Verl.	19,8	28,6	20,7	26,9	36,0	34,0	31,5	18,0	24,6		28,5	34,8	
	69,7	67,0	36,0	56,0	36,2	34,6	18,1	46,1	44,4		49,4	75,2	
Bi -180°													
Spez.Gew.	0,746	0,750	0,758	0,742	0,723	0,730	0,732	0,746	0,760		0,754	0,778	
A.P. °	36	33	37	36,5	37	36,5	35	36,5	32,5		35,5	35	
Beginn	32	32	44	31	30	32	36	43	52		43	51	
← 70°	14,0	15,0	8,0	16	15	15	17,5	16,5	9,0		11,5	6,5	
-100°	29,0	30,5	27,0	33	32	32	38,5	41,0	26,0		34,0	20,5	
-120°	41,5	42,5	42,0	50	48	48	52,0	56,0	40,0		48,5	35,5	
-150°	65,0	65,5	73,0	83	82	82	75,5	85,0	68,0		75,5	70,0	
-180°	95,0	95,5	96,5	100	98	98	97,5	99,0	95,0		95,5	97,5	
100°	192	1	188				186		190		190	184	

% BI	55,1	49,0	70,9	54,4	55,0	55,8	64,0	71,1	63,0		22,5	18,8
%Gas+Koks + Verl.	31,2	36,8	10,5	25,5	17,0	15,3	6,5	13,3	16,4		21,7	51,6
Bi-Kons. G+K+Verl/ Bi+G+K+Verl.	19,8	28,6	20,7	26,9	36,0	34,0	31,5	18,0	24,6		28,5	34,8
	69,7	67,0	36,0	56,0	36,2	34,6	18,1	46,1	44,4		49,4	75,2
Bi -180°												
Spez.Gew.	0,746	0,750	0,753	0,742	0,723	0,730	0,732	0,746	0,760		0,754	0,778
A.P. °	36	33	37	36,5	37	36,5	35	36,5	32,5		35,5	15
Beginn	32	32	44	31	30	32	36	43	52		47	51
- 70°	14,0	15,0	9,0	16,5	25,5	20,5	17,5	16,5	9,0		11,5	6,5
-100°	29,0	30,5	27,0	35,5	45,0	39,5	38,5	41,0	26,0		34,0	20,5
-120°	41,5	42,5	42,0	50,5	55,0	52,5	52,0	56,0	40,0		48,5	35,5
-150°	65,0	65,5	73,0	81,0	80,0	76,5	75,5	85,0	68,0		75,5	70,0
-180°	95,0	92,5	96,5	97,0	97,5	97,5	97,5	—	95,0		95,5	97,5
E °C	192	194	188	186	186	186	186	178	190		190	184
Jod-Zahl	64,8	52,8	50,9	43,1	57,2	61,7	58,7	—	—		37,0	—
O.Z. (M)	73,5	74,5	69,5	72,3	78,6	79,5	77,5	—	—		—	—
+0,12% Pb	80,0	83,0	76,0	83,2	87,5	87,5	86,5	—	—		—	—
MI 61												
Spez.Gew.	0,854	0,856	0,852	0,850	0,860	0,857	0,855	0,856	0,860		0,860	0,890
A.P. °	52,5	48,5	52,5	50,5	43,5	44	48	48	46		48,5	su
- 225°	19,0	15,0	16,0	22,0	24,0	21,0	26,0					dunkel
- 250°	43,5	46,5	45,0	49,0	52,0	51,0	50,0					11,0
- 300°	84,0	87,0	84,0	89,0	88,0	87,0	90,0					33,5
- 325°	94,0	95,5	94,0	96,0	96,5	96,0	97,0					74,0
- 350°	97,5	—	—	—	98,0	—	99,0					87,0
E °C	360	347	350	345	354	348	350					96,5
												350

Einspr. Prod
(P. 1338)

0000

000657

4

Gegenüber einem in normalen Betrieb regenerierten Katalysator hat der Katalysator nur noch ca. 65 % bzw. 43 % seiner Spaltaktivität.

Für die Regeneration der Katalysatoren aus dem Schmelzofen wird z. Zt. ein Ofen aus zunderfestem Material in der Weiberdefabrik eingerichtet.

gez. Free