

3646 - 30/5.07 - 90

Oberhausen-Holten, den 12. Juli 1944  
VL Schb/Se.

001013

Herren Professor Dr. Martin  
Direktor Dr. Hagemann  
Dr. Rottig

Zur katalytischen Dehydrierung von Dieselöl (C<sub>16</sub> - C<sub>19</sub>)

Bereits im Hauptbericht vom 12.2.44 wurde mitgeteilt, daß bei unseren Kontakten weitere Verbesserungen über die bis dahin erzielten Ergebnisse, insbesondere hinsichtlich der Verringerung der Aromaten-Bildung nur auf Kosten der entstehenden Olefine möglich sind. Durch Versuche wurde festgestellt, daß durch gewisse Mengen an Erdmetalloxyd, insbesondere Bariumoxyd, eine Stabilisierung erreicht werden kann, d.h. daß die so hergestellten Kontakte bei mehrmaligem Durchsatz des Dieselöles neben immer nur geringen Mengen an Aromaten ausreichende Olefin-Bildung gewährleisten. Das Bariumoxyd wurde nun nicht im Gemisch der Thoriumoxyd-Chromoxyd-Komponenten angewandt, sondern als Grundsicht für sich, gegebenenfalls im Gemisch mit ganz geringen Zusätzen an Aktivatoren wie NiO oder Ag primär auf den Kontaktträger (Karbon) niedergeschlagen. Die eigentliche Kontaktlösung (Th(NO<sub>3</sub>)<sub>4</sub> + Cr(NO<sub>3</sub>)<sub>3</sub>) wird dann auf diese Grundsicht von Ba(NO<sub>3</sub>)<sub>2</sub> ebenfalls im Spritzverfahren aufgebracht und das Lösungsmittel verdampft.

Beim ersten Durchsatz werden etwa 10 % Olefine erzeugt. Bei drei bis vier Durchsätzen desselben Kondensates wird eine Olefin-Bildung von 27 % erreicht (siehe Bilanz). Es interessiert, daß bei Überleiten des Dieselöles über Kontakt, der überall eine gleichmäßige Temperatur von 560°C aufweist, am Ende weniger günstige Ergebnisse resultieren als bei Anwendung einer Kontaktschicht, die im oberen Teil etwa 520°C, im mittleren 550°C und im unteren 560°C anzeigt. Zweckmäßig ist bei den jetzt vorherrschenden Bedingungen (Belastung des Kontaktes = 100 %, Aufenthaltsdauer = 0,3 sec.) ein Überleiten des Dieselöles über eine Primärschicht von Kontakt, evtl. auch über reinen Karbon bei einer Temperatur, bei der keine oder nur ganz minimale Olefin-Bildung stattfindet.

Die Anwendung der besonderen Erhitzung beeinflusst bei den mehrfachen Durchsätzen die Dehydrierungsreaktion günstig.

Zusammenfassend kann mitgeteilt werden, daß bei mehrfachen Durchsätzen derselben Kondensate über Kontakte, die durch Erdmetalloxyd, insbesondere Bariumoxyd, stabilisiert sind und die in ihrer Primärschicht wenig oder keine für die Olefin-Bildung reaktionsfähige Temperaturen aufweisen, am Ende sowohl hinsichtlich der Olefin-Bildung als auch hinsichtlich der Verminderung der Aromaten-Bildung günstigere Ergebnisse erzielt werden.

001014

Bilanz: Versuch 166a.

Kontakt: Thorium-Chromoxyd mit Bariumoxyd und wenig Nickel-  
oxyd stabilisiert.

Trägermasse: Karborund.

Arbeitsbedingungen: 520°C Reaktionstemperatur oben  
550°C Reaktionstemperatur Mitte  
560°C Reaktionstemperatur unten.

Druck: 40 mm

Belastung: 100 %

Aufenthaltszeit: 0,3 sec.

Das Kondensat wurde dreimal durchgesetzt.

Versuchsergebnis

Dieselöl						
<u>Ausgangs-Material</u>		Fraktion	Endprodukt Gew. %	Olefine	Aromaten	Paraffine
		C <sub>3</sub> H <sub>6</sub>	0,92			
		C <sub>2</sub> H <sub>4</sub>	0,95			
		H <sub>2</sub>	0,34			
		CH <sub>4</sub> + C <sub>2</sub> H <sub>6</sub>	0,85			
		Kohlenstoff	1,80			
Fraktion	Gew. % Siede- Anteil	Gew. % Siede- Anteil				
		1,1	C <sub>9</sub> , C <sub>10</sub>	0,680	0,076	0,044
		2,5	C <sub>11</sub>	2,190	0,190	-
		1,0	C <sub>11</sub> , C <sub>12</sub>	0,858	0,095	-
		2,6	C <sub>12</sub> , C <sub>13</sub>	2,290	0,190	-
C <sub>13</sub> , C <sub>14</sub>	0,4	1,9	C <sub>13</sub> , C <sub>14</sub>	1,670	0,140	-
C <sub>15</sub>	3,7	1,2	C <sub>14</sub> , C <sub>15</sub>	0,800	0,140	0,20
		3,6	C <sub>15</sub> , C <sub>16</sub>	1,740	0,130	1,55
C <sub>16</sub>	20,5	15,3	C <sub>16</sub> , C <sub>17</sub>	3,710	-	10,67
C <sub>17</sub> , C <sub>18</sub>	50,8	60,1	C <sub>17</sub> , C <sub>18</sub>	10,600	0,580	46,29
C <sub>18</sub> , C <sub>19</sub>	22,8	7,6	C <sub>18</sub> , C <sub>19</sub>	1,480	0,095	5,69
C <sub>19</sub>	1,6	3,1	C <sub>19</sub>	1,620	0,095	1,24
			Gase + C <sub>3</sub>	4,86	27,84	1,73
						65,57

	Gewichte-%			
	Gase + C	Olefine	Aromaten	Paraffine
Spaltprodukte	4,86	7,89	0,691	-
Produkte im Bereich der Ausgangs-Tiede- lage und höher	-	19,95	1,04	65,57
	4,86	27,84	1,73	65,57

Berechnung für den Gesamtumsatz

Fraktion	Gew. %		
	Gase + C	Olefine	Aromaten
C <sub>3</sub> H <sub>6</sub>	2,7		
C <sub>2</sub> H <sub>4</sub>	2,8		
H <sub>2</sub>	1,0		
CH <sub>4</sub> + C <sub>2</sub> H <sub>6</sub>	2,5		
Kohlenstoff	5,2		
<hr/>			
C <sub>9</sub> , C <sub>10</sub>		2,5	0,27
C <sub>11</sub>		6,4	0,57
C <sub>11</sub> , C <sub>12</sub>		2,5	0,27
C <sub>12</sub> , C <sub>13</sub>		6,6	0,55
C <sub>13</sub> , C <sub>14</sub>		4,8	0,40
C <sub>14</sub> , C <sub>15</sub>		2,3	0,40
C <sub>15</sub> , C <sub>16</sub>		5,0	0,37
C <sub>16</sub> , C <sub>17</sub>		10,8	
C <sub>17</sub> , C <sub>18</sub>		30,8	1,73
C <sub>18</sub> , C <sub>19</sub>		4,3	0,27
	14,2	80,7	5,1

Gase	= 9,0 %
Kohlenstoff	= 5,2 %
Spaltolefine	= 22,8 %
Spalt-Aromaten	= 2,1 %
echte Olefine	= 57,9 %
echte Aromaten	= 3,0 %
<hr/>	
Gase	= 9,0 %
Kohlenstoff	= 5,2 %
Olefine	= 80,7 %
Aromaten	= 5,1 %