

TITLE PAGE

45. Katalytisches Cracken v. Kogasin in 3-ltr. Ofen
über Magnesiumsilikat u. Superfiltrol.
Catalytic cracking of "Kogasin" in 3 ltr. r
with magnesium silicate and "Superfiltrol".

Frame Nos. 239 - 247

Katalytisches Kracken von Kogasin in 3 ltr.-Öfen
über Magnesiumsilikat und Superfiltröl.

A. Kracken 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 Kracken von Kogasin II gab die gute Charge in 7. und 8. Lauf ¹⁾ bei 420° und Durchsatz 1 in einem Durchgang folgende Ausbeuten (vgl. Tab. 2)

- 23-24 % Benzin (62° -100; S.P. 190°
O.Z.Mot. 75-76, mit 0,09 Pb 86)
- 4-5 % Flüssiggas
- 1 % Gas
- 3 % Koks + Verlust.

¹⁾ Im ersten Lauf gibt der Kontakt bereits bei 405° dieselbe Umsetzung und zugleich bessere Produktverteilung. Es handelt sich hier wahrscheinlich um eine Aktivitätsspitze, die nur im ersten Lauf und auch da nur bei geringer Kontaktbelastung (entweder sauberes Öl oder sehr kurze Fahrdauer) beobachtet wird. Von anderer Seite (Standard) liegen ähnliche Beobachtungen beim Fahren mit bewegtem Kontakt vor, wo diese Aktivitätsspitze bei hohem Kontakt : Öl Verhältnis (entsprechend kurzer Fahrdauer) wirksam wird.

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

Öfenart	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)-Beitrag, der wahrscheinlich sowohl auf etwas mehr Manipulationsverluste, 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 insofern besonders schwierig, als bei der kurzen Laufzeit keine stationäre ^{Einstellung} Laufzeit erreicht wird, sodass nicht nur die räumliche Temperaturverteilung über die Länge des Kontaktes, sondern auch die zeitliche Temperaturverteilung zu beachten ist.

1) Nach aller bisherigen Erfahrung gehen Gasbildung und Koksbildung immer zusammen.

In 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 Fahren) 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 Kogesia nur beim Fahren unter Druck erhalten worden. Das drücklos 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 Kogesia in jedem Falle nur unter erheblichen Koksverlusten gewonnen werden kann.

Das Verhalten des Ofens zeigte zugleich, dass oberhalb 460° die sonst endotherme Krackreaktion in eine 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. 73 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 ltz-Versuch, indem die Gasbildung etwa auf das $2\frac{1}{2}$ fache anstieg. Gleichzeitig ist die Spaltung geringer als beim guten Kontakt.

Die beiden hier genannten schlechten Kontaktchargen (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. Superfiltrol (Tab. 4).

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

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

¹⁾ Zus. Stollg. v. 20.9.38 Typen von Mg-Silikatkontakten: 690 ist mit Erhitzen und Kochen, 688 ohne Erhitzen.

- 5 -

Zusammenfassung.

Kogasin II gibt im 3 ltr.-Ofen mit gutem Mg-Silikatkontakt beinahe dieselben Ausbeuten wie im 400 ccm-Versuch. Koch 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

Tabelle 1.

Katalytisches Kracken von Kogasin.

=====

Ausgangsprodukt

Kogasin-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

Tabelle 2.

245

Katalytisches Cracken von Kogasin.

Magnesiumsilikatkontakt - Gute Charge.

Kontakt (690c 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./3228		4.9./3234		6.9./3235	
Kontakt-Lauf	1		7		8	
Temperatur °C	405°		420°		420°	
Substanzen	vom eingehenden Öl	verbraucht ¹ Öl	vom eingehenden Öl	verbraucht ¹ Öl	vom eingehenden Öl	verbraucht ¹ Öl
Benzin -100	22,0	81	23,1	73,5	23,8	73,5
flüssiges	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
Kohl. + 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		0,688		0,686	
n.p.	57,5		51,6		52,0	
Siedebeg. °C	35°		27°		29°	
-100	50,0		61		62,5	
Siedepunkt °C	132°		197°		190°	
Siedeverlust	7,0		5,5		5,0	
Jodzahl	80		105		103	
O.Z. Met. + 0,09 Pb	72	87,5	75	86,5	76	86

1) Verbrauchtes Öl = eingehendes Öl abzüglich erhaltenes Mittelöl

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

Katalytisches Erackren von
 =====
 Magnesiumsilikatkontakt. - Sol

Durchsatz 1,2 Vol 0,95 Gew. (kg/l)

Kontaktcharge	mittelgut 688 v.24.1. - 2,5 ltr. -						
Vers. Datum/Nummer	31.7./2237		1.8./2238		2.8./2239		15.
Kontaktlauf	1		2		3		
Temperatur °C	460		410		415		
Ausbeuten	bez. auf Ölein- eingang	bez. auf Ölver- brauch	Ölein- gang	Ölver- brauch	Ölein- gang	Ölverbrauch	Ölein- gang
Benzin -190 %	32,4	57	14,0	74,0	17,9	78	(15,3)
Flüssiggas (C ₃ C ₄) %	10,1	18	0,8	4,0	1,5	6,5	1,0
Gas %	2,6	4,5	0,3	1,5	0,5	2,0	0,5
Koks + Verl. %	11,7	20,5	3,9	20,5	3,1	13,5	2,9
Mittelsl %	43,2	-	81,0	-	76,9	-	79,4
Benzin spez. Gew.	680		702		682		
A.P.	56,5		55		53		
% -100	57		61		56		
Endp.	196		196		196		
Jodzahl	39		90		136		
O.Z. Mot.M.	74		70		72		
" "							
+ 0,09 Pb	87,5		-		-		
Res.M.	77,5		-		-		
Bemerkungen:	durch hohe Temp. starker Umsatz mit starker Spaltung und erhöhter Koks- bildung. Benzin hat hohe O.Z. (bes. mit Pb) und wenig Olefine.		Kontakt ist anscheinend be- schädigt (unvorsichtige Rege- neration nach Vers. 1?). Wegen des geringen Umsatzes fallen die Manipulationsverluste stark ins Gewicht. Die Koks- bildung beträgt etwa 75 g/l für (Koks + Verlust) angegebenen Zahlen.				1/0 Bon- hat O.Z.

von Kogasin.

Tabelle 3.

Schlechtere Chargen.

. (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	
9 430		1 <u>460</u>		2 430		3 430	
Gleing- (15,3)	Über- brauch (74,5)	Gleing- gang 26,0	Über- brauch 64	Gleing- gang 17,6	Über- brauch 72	Gleing- gang 16,1	Über- brauch 71,5
1,9	9,0	(6,8)	16,5	2,0	8	1,8	8
0,5	2,5	(3,3)	8	2,0	8	1,8	8
2,9	14,0	(4,6)	11,5	3,0	12	2,8	12,5
79,4	-	59,3	-	75,4	-	77,5	-
678	680	680	681	681	684	684	684
47,5	45,5	45,5	49	49	50	50	50
62,5	60	60	55	55	52,5	52,5	52,5
<u>172</u>	194°	194°	190°	190°	193°	193°	193°
145	131	131	129	129	122	122	122
75,5	75,5	75,5	74,5	74,5	74,5	74,5	74,5
-	-	-	-	-	-	-	-
-	84	84	-	-	-	-	-
1/0er Benzin hat höhere O.Z.		zuviel Gas und Koks					
		infolge höherer Temp. sehr viel C ₂ H ₄ bei gutem Umsatz.		normale Bedingungen (abgesehen vom schlechten Kontakt)			

Tabelle 4.

Katalytisches Kraacken 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 C 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.Gow.	0,685		0,683	
A.P.	35		38	
% -100	60,0		63	
Endpunkt	195		195	
Jodzahl	184		180	
Oktan-Zahl	-		-	