

Zusatz an

Verzinner: Lu, Al, Fe

Herstellung wasserstoffarmer, raffinierter Mittelöle

Es liegen einige Versuche zur Herstellung wasserstoffarmer Mittelöle vor, die teils gelegentlich von Verhydrolierungsversuchen bei Dehydrierungsversuchen durchgeführt worden und die ein ungefähres Bild über die Gewinnungsmöglichkeiten geben.

a) Versuche mit Steinkohle-Verflüssigungsmitteln

(Vgl. Zusammenstellung 15.1.40 Do, 24.1.40 Do, 20.7.40 Oett.)

<u>Versuchsbedingungen</u>						
Druck atm		250	250	250	50	50
Durchsatz kg/Ltr.h		1,0	1,0	1,0	0,55	0,5
Temperatur °C		425	445	500	415	510
Kontakt		Al <sub>2</sub> O <sub>3</sub> <sup>+</sup> SiO <sub>2</sub>	Al <sub>2</sub> O <sub>3</sub> <sup>+</sup> 10 Cr <sub>2</sub> O <sub>3</sub>	Al <sub>2</sub> O <sub>3</sub> <sup>+</sup> 10 Cr <sub>2</sub> O <sub>3</sub>	SiO <sub>2</sub>	Al <sub>2</sub> O <sub>3</sub> <sup>+</sup> SiO <sub>2</sub>
<u>Kontakt-</u> <u>Atklingen</u>		keines	wahr- schein- lich keines	frag- lich (kurzer Versuch)	wahr- schein- lich keines	in ca. 1 Tag
<u>Ausbeuten:</u>			gesch.			
% Benzin < 180 °C		38	(25)	(40)	23	21
% Mittelöl > 180 °C		55	(50)	(50)	75	67
% Gas + Koks		4	(2)	-	2	7
% H <sub>2</sub> O etc.		3	(3)	-	3	3
<u>Produkteigen- schaften</u>						
Benzin: O.Z. B.M.		70	ca. 70	-	71	72
% Aromaten		40	40	ca. 45	35	ca. 55
Mittelöl spez. Gew.		0,93	0,96	0,97	0,96	0,96
Anilinpunkt °C		-8	-25	-35	-20	-30
% Phenole		0,01	0,0	0,01	0,03	0,02
% S		0,01	0,4	0,03	0,15	0,2
Siedebereich °C		190-320	190-325	190-325	190-325	190-325

\*) Die K-Reduktion lässt in 4 Tagen nach; wenn der K-Gehalt steigt, ist längerer Betrieb möglich.



Dennsch ist die Herstellung von Mittelöl mit Anilinpunkt  $-20^{\circ}$  und weniger als 0,1 % Phenol und 0,2 % Stickstoff wahrscheinlich ohne Abklingen als Steinkohle-Verflüssigungsmittel bei niedrigen Temperaturen von ca.  $450^{\circ}\text{C}$  möglich. Tieferer Anilinpunkt z.B.  $-30^{\circ}\text{C}$ , erfordern Temperaturen von  $500^{\circ}\text{C}$  oder mehr und sind massig mit abklingendem Kontakt bei ca. 50 atm. druckbar.

Bei dem 250 atm-Versuch wurde mit 1-Or-Kontakt ein etwas niedriger Anilinpunkt erreicht, über das Abklingen des Kontaktes kann jedoch nichts gesagt werden.

Hier sei auch auf das  $\beta$ -Mittelöl der Aromatolexan. hingewiesen.

b) Versuche zur Dehydrierung von Mittelölen mit  $\text{Al}_2\text{O}_3$  +  $\text{Cr}_2\text{O}_3$

(Vgl. Zusammenstellung 9.12.39 De und 20.8.40 De)

Ausgangsmaterial	Kohlener Verhydr. Mittelöl	Aromatherm. Guad.
Anilinpunkt $^{\circ}\text{C}$	47	5
<u>Versuchsbedingungen:</u>		
Druck atm $\text{H}_2$	10	10
Durchsatz $\text{kg}/\text{m}^2/\text{Stde}$	0,5	0,5
Temperatur $^{\circ}\text{C}$	(510)	480
Kontaktablander	3 Stunden	3 Stunden, 6 Stunden
<u>Ausbeuten:</u>		
Benzin $-120^{\circ}\text{C}$	35	25
Mittelöl $-130^{\circ}\text{C}$	50	32
Gas + Koks	15	12
<u>Produktionsfraktionen:</u>		
Benzin: Sättelzahlmot. -100	17	50
" Aromaten	40	21
Mittelöl spez. Gewicht	0,82	0,82
Anilinpunkt $^{\circ}\text{C}$	3	34
Erniedrigung des n.Pkt. $^{\circ}\text{C}$	44	30
Gas + Koks, $1^{\circ}$ Anilinpunkterniedrigung	0,18	0,8
Siedebereich $^{\circ}\text{C}$	150-310	190-370

1) Information ca. 50-50 atm Gesamtdruck



In der normalen DHD-Apparatur können Mittelöl-Paraffine vorteilhaft naphthenische Stoffe von Anilinpunkt 40-50, durch weiteres dehydriert werden. Bei 47° Mittelöl-Anilinpunkt wurde neben 5 % Gas + Kohle und 33 % Benzol von Oktanzahl 40-50 eine 67 mit 40 % Aromaten ein Mittelöl mit dem Anilinpunkt 40 erhalten. Eine stärkere Erniedrigung des Anilinpunktes, aller Dinge mit höherem Gasverlust, ist ohne weiteres möglich.

Die besten Ausbeuten an wasserstoffarmen Mittelölen erhält man bei Vorhydrierungsmittelöl aus Steinkohle mit Tonkatalysator.