

TITLE PAGE

30: Crackversuche mit  $H_2SiF_6$  - behandeltem  $\alpha$ -Tonerde  
Cracking Experiments with  $\alpha$ -clay treated  
with  $H_2SiF_6$ .

Frame Nos. 796 - 800

Hochdruckversuche  
Lu 1Krackversuche mit  $H_2SiF_6$  - behandelte a-Tonerde.Zusammenfassung.

a-Tonerde, die im unbehandelten Zustand so gut wie keine Spaltaktivität besitzt, wird durch HF-Behandlung den besten Spaltkatalysatoren gleichwertig (s. Ber. 18495 Fr./N. vom 10.4.41; Vortragsmanuskript Fr. für Olsparte, Berlin vom 16.7.42). Behandlung von a-Tonerde mit 10 %  $H_2SiF_6$  macht die Tonerde ebenfalls spaltaktiv, wenn auch nicht in dem hohen Maße wie HF. Durch Regeneration wird der Katalysator, ebenso wie HF-behandelte Tonerde und HF-behandelte Ferrana, ziemlich schnell unwirksam (Fluor-Verlust). An Hand von Versuchsdaten wird das Abklingen des Katalysators und die dabei einwirkende Änderung der Spaltprodukte gezeigt.

Ausführung.

a-Tonerde aus der Produktion Lu (K 8500) wurde mit 10 %  $H_2SiF_6$  angeätzt (J.Nr. 4976). Über diesen Katalysator wurde in 3 Ltr. Oldenburger Mittelöl (P 1394) bei den für Katalysatorprüfungen üblichen Bedingungen (420°C, Durchsatz 1 Vol. Öl/Vol. Kat./Std., 1 Std.-Zyklus) gefahren.

Die Versuchereihe umfaßt 12 Crack- und 11 Regenerationszyklen. Die anfänglich vorhandene, mittelgute Spaltaktivität des Katalysators ging schon nach den ersten Regenerationen etwas zurück. Nach der 4. Regenerationsperiode sank die Spaltaktivität stärker ab. Das Absinken wurde dann nach weiteren Regenerationszyklen immer größer, so daß nach der 11. Regeneration der Katalysator nur noch ca. 50 % der Spaltaktivität des frischen Einbaus hatte. Daraufhin wurden die Versuche eingestellt. Der Katalysator gibt vermutlich bei der Regeneration (in Form von HF) ab, wodurch sich der Aktivitätsverlust erklären läßt. Beim Ausbau hatte der Katalysator 40 ocm Schwund und einen Gewichtsverlust von 123 g = 7,0 %. Ein ähnliches Nachlassen der Spaltaktivität wird auch bei HF-behandelter a-Tonerde und HF-behandelter Ferrana (K 6109) nach einer Reihe von Regenerationen beobachtet. Aus der Schlenktafel und den Kurvenblättern ist das Absinken der Spaltaktivität an Hand der Benzol-Konzentration des Abstreifers, der Benzolausbeute bezogen auf Einspritzung und der spez. Gewichte des Anfallprodukts zu ersehen.

Mit dem Zurückgehen der Spaltung findet in der Mehrzahl der Fälle ein Anstieg des A.P. der Crack-b-Mittelöle statt.

22/12/43

000797

Ebenso steigt bei veränderter Spaltung die Jodzahl des Crackbensins an.

Die spez. Gewichte der Spaltbenzine durchlaufen anscheinend ein Minimum (zwischen der 4. und 6. Regenerationsperiode).

In den A.P. der Benzine sind stärkere Schwankungen. Im allgemeinen nehmen sie aber mit zurückgehender Spaltung ab. Das gleiche gilt bezüglich der Flüchtigkeit (% bis 100%).

Die O.Z. (M) der Benzine der beiden ersten Crackzyklen liegt mit 77,5 bzw. 79,6 für ein paraffinisches Ausgangsöl hoch.

*my free*

Tabelle 1

P 1393 Nienhagener Mittelöl red.  
(Einspritsprodukt).

Spez. Gewicht = 0,832

Anilinpunkt 66°

2,5 % Unges.

Beginn	194°
-225°	14
250°	38,5
275°	49,5
300°	70
325°	88
	346° / 99%

Fraktionen	Spez. Gewicht	A.P.
210 - 230°	0,798	60°
240 - 270°	0,822	63,5°
280 - 310°	0,840	68,5°

Tabelle 2.

Krackergebnisse von Nienhagener Mittelöl P 1393 über  $H_2SiF_6$ -behandelter a-Tonarde

(J.Nr. 4976).

Temperatur	420°											
Durchsatz V/V/Std.	1											
Dauer (Min.)	60											
% Bi - 180°	26,8	23,2	23,6	21,6	19,3	21,5	19,9	20,1	18,2	16,9	14,6	13,8
% b-Mittelöl	61,2	64,0	63,6	66,6	71,0	67,9	69,7	70,2	74,7	75,0	78,9	79,4
% $C_3C_4$	5,8	6,5	6,7	5,7	4,1	4,6	5,1	3,6	4,0	2,9	1,8	} 6,8
% Gas + Koks	6,2	6,3	6,1	6,1	5,6	6,0	5,3	6,1	3,1	5,2	4,7	
Spez. Gew. Anfall	0,804	0,803	0,804	0,805	0,806	0,806	0,806	0,810	0,812	0,812	0,816	0,814
Bi-Konzentration	30,3	26,6	27,0	24,4	21,3	24,0	22,1	22,2	19,6	18,4	15,6	14,8
Ltr. Gas	71	56	50	47	-	48	49	40	58	52	58	40
Gas + Koks + $C_3C_4$ / Bi +	31,0	35,5	35,4	35,5	33,5	33,0	34,3	32,6	28,1	32,4	30,7	33,0
<u>Benzin</u>												
Spez. Gewicht	0,729	0,718	0,724	0,720	0,720	0,720	0,724	0,726	0,732	0,726	0,734	0,728
Anllinpunkt	37°	36°	35,5°	35°	37°	35,8°	34°	36°	33°	32,5°	30,5°	31°
Beginn	28°	29°	28°	25°	30°	27°	25°	26°	28°	27°	29°	28°
- 70°	28,0	35,0	32,5	33,5	38,0	31,5	31,5	26,5	26,0	28,5	22,3	25
	46,5	53,0	49,5	52,0	52,5	50,5	50,5	44,5	44,5	45,5	40,3	44,5
	58,5	64,0	60,6	62,0	65,5	60,5	60,5	54,5	55,0	57,0	52,3	56,5
	76,5	83,0	79,5	81,5	85,5	78,5	78,5	75,5	74,0	78,5	74,3	78,0
	95,5	-	97,5	96,0	97,5	90,5	90,5	94,0	94,0	96,0	96,3	95,5
	193°	180°	190°	189°	186°	189°	189°	189°	196°	188°	188°	191°
5c	54,8	59,			74,8			80,7	99,7	103	121	125

<u>Reihe</u>												
Spez.Gewicht	0,729	0,718	0,724	0,720	0,720	0,720	0,724	0,726	0,732	0,726	0,734	0,728
Anilinpunkt	37°	36°	35,5°	35°	37°	35,8°	34°	36°	33°	32,5°	30,5°	31°
Beginn	28°	28°	28°	25°	30°	27°	25°	26°	28°	27°	29°	28°
- 70°	28,0	35,0	32,5	33,5	38,0	31,5	31,5	26,5	26,0	28,5	22,3	25
-100°	46,5	53,0	49,5	52,0	52,5	50,5	50,5	44,5	44,5	45,5	40,3	44,5
-120°	58,5	64,0	60,6	62,0	65,5	61,5	60,5	54,5	55,0	57,0	52,3	56,5
-150°	76,5	83,0	79,5	81,5	85,5	80,5	80,5	75,5	74,0	78,5	74,3	78,0
-180°	95,5	-	97,5	96,0	97,5	95,5	96,5	94,0	94,0	96,0	96,3	95,5
B	193°	180°	190°	189°	186°	190°	188°	189°	196°	188°	188°	191°
Jod-Zahl	50,4	54,8	59,2	70,6	74,8	82,7	76,7	80,7	99,7	103	121	125
O.Z. (M)	77,5	79,6										
+ 0,12% Pb	87,5	89,6										
<u>b-Mittelöl</u>												
Spez.Gewicht	0,840	0,838	0,832	0,836	0,836	0,836	0,834	0,834	0,834	0,832	0,830	0,830
Anilinpunkt	58,5°	56°	57,5°	60,5°	60°	61°	61°	62°	63°	63°	64,5°	64,5
Beginn	210°	206°	206°	204°	204°	204°	209°	212°	210°	211°	207°	208°
-200°	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-
-225°	10,0	13,0	12,0	11,0	13,0	11,0	10,0	5,0	5,5	6,0	8,0	6,5
-250°	40,0	42,0	41,0	40,5	45,5	38,5	42,5	36,0	35,0	37,0	37,0	32,5
-275°	67,0	67,5	67,5	72,0	66,5	67,0	68,0	64,0	63,5	63,5	62,0	61,5
-300°	87,5	87,0	87,0	87,5	86,0	88,5	88,5	87,5	84,5	85,5	84,5	85,0
-325°	95,5	96,0	95,0	96,5	96,0	95,5	97,0	96,5	95,5	96,0	96,0	96,5
-350°	97,5	-	-	-	97,8	-	-	-	98,0	-	-	-
B	360°	350°	348°	352°	357°	351°	344°	347°	358°	348°	342°	340°
Vers.Nr.	2639	2640	2641	2642	2643	2644	2645	2646	2647	2648	2649	2650

Ambau:  
2960 ccm=1624g

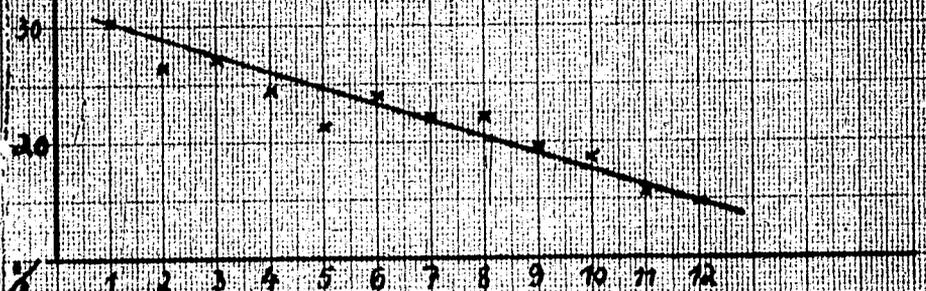
Einbau:  
3000 ccm=1747g

Schwand:  
40ccm = 123g

96,900

000799

Bi-Konzentration



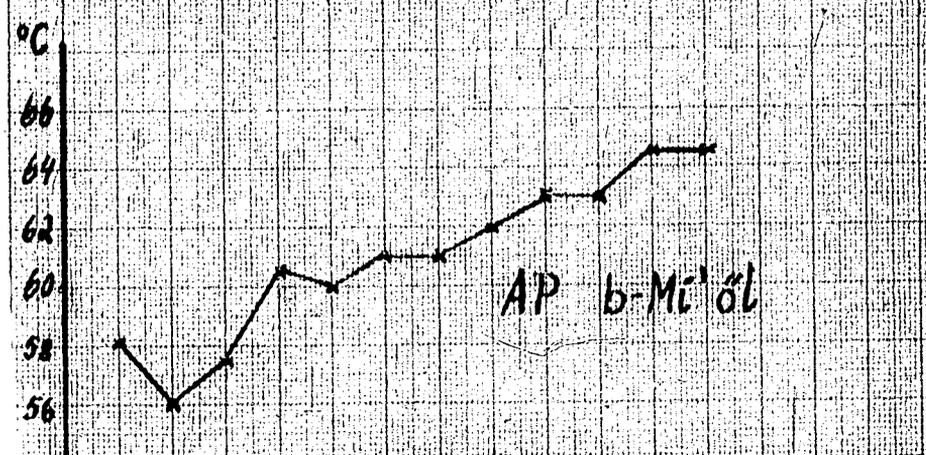
Bi-Ausbeute



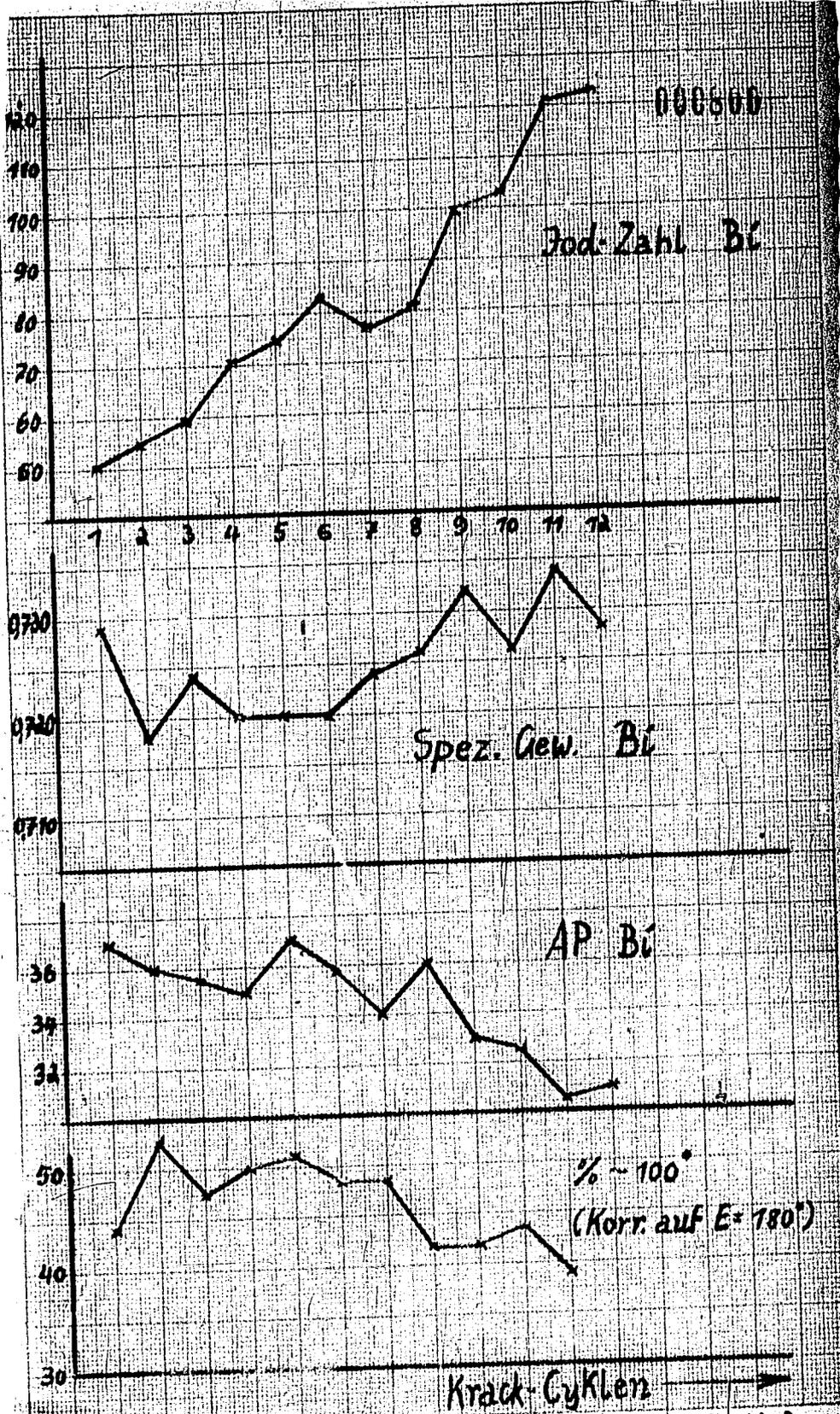
Spez. Gew. Anfall



AP b-Mi'öl



Krack-Cyklen



000800

Iod-Zahl B1

Spez. Gew. B1

AP B1

% ~ 100°  
(Korr. auf E=180°)

Krack-Cyklen