

TITLE PAGE

21. Aromatisierungsversuche bei 45 atm mit abklingendem Katalysator.

Aromatization experiments at 45 atm. with catalysts whose activity has been lowered by previous use.

Frame Nos. 179 - 182

17. Juli 1941 Fr/K1

R. H. 5/11

② Aromatisierungsversuche bei 45 at mit
abklingendem Katalysator.

Zusammenfassung.

Scholvener Sumpffphase Mittelöl + Aromatisierungs-
Rückführung von Kammer 501 (aus dem gleichen Produkt) ließ sich
über HF-behandelter und mit 8 % MoO_3 getränkter Tonerde nur mit
schlechter Leistung (maximal 0,20) und hohen Verlusten (ca. 50%)
zu Benzin ($E = 160^\circ$) verarbeiten.

Die Phenole werden hierbei vollkommen reduziert und
man erhält Bensine mit 61 bis 68,5 Vol.% Aromaten (68 bis 76,5
Gew.%).

HF-behandelte α -Tonerde ohne MoO_3 gibt mit dem gleichen
Einspritzprodukt noch schlechtere Benzinleistung (maximal 0,14)
bei Verlusten von ca. 40 %. Die Phenolreduktion ist bei diesen
Katalysator ausgesprochen schlecht.

Entfernung der Phenole aus dem Einspritzprodukt bzw.
Zusatz von CS_2 führt nicht zu besseren Versuchsergebnissen.

Der Aromatengehalt der Benzine ist etwas niedriger
als beim MoO_3 -haltigen Katalysator, aber immer noch relativ hoch
(56 - 58 Vol.%).

Bei alleiniger Verarbeitung von Aromatisierungs-
Rückführung von Kammer 501 erhält man Benzinleistung 0,24 bei
44 % Vergasung und 66 Vol.% Aromaten.

Unbehandelte α -Tonerde gibt mit Rückführung von Kammer
501 Benzinleistung (0,07) aber nur 9 % Vergasung.

Scholvener Sumpffphase-Mittelöl (P 1271) wurde gemischt
mit Aromatisierungs-Rückführung > 160 des gleichen Produkts von
Kammer 501 (1 : 1 Gew. Teil) über verschiedene Katalysatoren

aromatisierend bei 45 at Druck gefahren.

Die beste Benzinleistung (0,20) wurde mit noch nicht regenerierter HF-behandelter α -Tonerde + 8 % MoO_3 erhalten. Das bei 500° mit Durchsatz = 0,93 erhaltene Benzin hatte 76,5 Gew. % Aromaten, entsprechend 68,5 Vol. % bei einer Oktanzahl (M) = 87,4 und Jodzahl 7,75. Nach der ersten Regeneration ging die Benzin-Leistung auf 0,16 zurück, nach weiteren Regenerationen trat kein Leistungsabfall mehr ein. Im Aromatengehalt des Benzins ist bei frischem und regeneriertem Katalysator kein Unterschied. Bei den Versuchen traten hohe Verluste durch Vergasung und H_2O -Bildung ein. Die Ausbeute an flüssigem Reaktionsprodukt (ohne Wasser) betrug nur 73,4 bis 83,1 % bei Benzin-Ausbeuten ($E = 160^\circ$) von 17,9 - 22,5 % (alles bezogen auf Einspritzung). Hieraus ergeben sich Verluste durch Vergasung + H_2O -Bildung von 48 - 53 % bezogen auf Benzin + Gas + H_2O .

Zurücknahme der Temperatur auf 450°C, Erhöhung des H_2 -Partialdrucks und Verlängerung der Zyklusdauer von 1 Std. auf 2 und 5 Std. bewirkte einen Leistungsabfall auf 0,10 und 0,06 ohne die Ausbeuten zu verbessern. Der Aromatengehalt des Benzins ging hierbei bis auf 61 Vol. % zurück. Das Benzin vom 5 Std.-Zyklus ist erheblich weniger flüchtig als das von den 1 und 2 Std.-Zyklen.

Die Phenolreduktion ist in 1 Std.-Versuchen nahezu vollständig (von 7,13 % auf 0,01 %).

Mit 10 % HF-behandelte α -Tonerde ohne MoO_3 -Zusatz gibt anfangs Bohin-Leistung 0,14, die nach Regeneration auf 0,10 absinkt.

Zusatz von 1 % OS_2 zum Einspritzprodukt, sowie Entfernung der Phenole bewirken keine Änderung der Versuchsergebnisse.

Die Verluste durch Gas und H_2O -Abspaltung sind bei der MoO_3 -freien Tonerde HF-behandelt etwas geringer als bei der MoO_3 -haltigen, sie betragen 38,5 - 43 % bezogen auf Benzin + Verlust. Phenolreduktion ist schlecht, die Anfallprodukte haben

noch Phenolgehalt zwischen 2, 1 und 3,49 %.

Mit 5 % HF-behandelte Tonerde gibt keine besseren Versuchsergebnisse als die mit 10 % HF-behandelte. Die Aromatisierungs-Rückführung von Kammer 501 (aus Scholvenner Sumpfhase-Mittelbl. P 1271) mit nur 0,043 % Phenolen ist besser zu verarbeiten als das Gemisch aus P 1271 + Rückführung von Kammer 501.

Die mit 10 % HF-behandelte a-Tonerde gibt Benzin-Leistung 0,24 in 1 Std.-Cyklus, doch ist die Vergasung mit 44 % bezogen auf Benzin + Vergasung auch hierbei noch untragbar hoch, wenn auch das Benzin einen sehr hohen Aromatengehalt hat (66 Vol%).

Unbehandelte a-Tonerde liefert mit Rückführung von Kammer 501 ein Abstreifer-Produkt mit nur 10,15 % Benzin (bis 160°) entsprechend einer Benzin-Leistung von 0,07. Hierbei beträgt die Vergasung aber nur 9 %.

gez. Free

Unter Mitarbeit von:

Dr. Fürst
Dr. Scheiner
Dr. Dehn
Dr. v. Fünser

000182

Katalysator Produkt	a-Tonerde +10 HF +3 MoO ₃ Pl271 >160° +Ru.Za.501 (1:1)	dto	dto	dto	dto	a-Tonerde +10 HF Pl271 >160° +Ru.Za. (1:1)
Regeneration	0	1	3			
Temperatur	500°	500°	500°	450°	450°	500°
Durchsatz	1	1	1	0,5	0,5	1
1 Gas/1 Öl	700	700	700	1400	1400	700
Druck	45	45	45	45	45	45
Dauer	1	1	1	2	5	1
Benzin-Konz. (Abstreifer)	30,6	22,5	22,1	26,3	18,5	16,75
Benzin-Leistung	0,20	0,16	0,16	0,10	0,06	0,14
% Benzin - 160°	22,5	17,9	18,4	21,6	13,7	14,8
% >160°	50,9	61,8	64,7	60,6	60,4	73,9
% Ausb.a.flüss.KW. (ohne H ₂ O)	73,4	79,7	83,1	82,2	74,1	88,7
Benzin 160°						
Spez. Gewicht	0,822	0,822	0,824	0,814	0,826	0,820
Anilinpunkt I	-24°	-20°	-24°	-14°	-18°	-7°
Anilinpunkt II	55°	53,5°	53,5°	54°	52,2°	54°
Vol.% Aromaten	68,5	66	68	61	64	56
Gew.% Aromaten	76,5	73,5	76	68	71	64
Beginn	48°	55°	53°	55°	73°	48°
- 70°	4,5	2,5	3,0	3,8	-	3,5
- 100°	22,0	17,5	18,0	23,0	6,0	14,0
- 120°	35,5	53,5	48,0	54,0	35,5	38,0
- 150°	93,5	92,5	86,0	90,5	87,5	83,0
Endpunkt	163°	167°	167°	167°	168°	169°
Jodzahl	7,75	6,8	9,75			-
Oktan-Zahl (N)	87,4	82,9	83,4			
+ 0,12 Pb	-	-	91,2			
Rückstand >160°						
Spez. Gewicht	0,940	0,924	0,934	0,944	0,930	0,934
Anilinpunkt	-33°	-29°	-29°	-38,2°	-26°	-26°
Beginn	177°	176°	175°	176°	178°	176°
- 200°	31,5	32,0	31,0	35,0	28,0	30,0
- 250°	71,5	73,0	73,0	79,0	70,0	72,5
- 300°	88,5	90,0	91,0	93,0	91,0	89,0
Endpunkt	360°	360°	350°	345°	360°	356°
% Phenole			0,01			3,49
Vers.No.	4317	4318	4320	4323	4324	1402

to to	a-Tonerde +10 HF P 1271 >160 +Ru.Ka.501 (1:1)	dto dto	dto dto	1%CS ₂ dtg	phenol- frei dto	phenol- frei dto	a-Tonerde +10 HF Ru.v.Ka. 501	a-Tonerde Ru.Ka.501
5	509° 1 700 45 1	510° 1 700 45 1	500° 1 700 45 1	500° 1 700 45 1	500° 1 700 45 1	500° 1 700 45 1	500° 1 700 45 1	500° 1 700 45 1
5 06	11,75 0,14	14,45 0,13	11,5 0,10	11,45 0,10	11,25 0,10	15,5 0,12	32,1 0,24	10,15 0,07
7 4 1	14,8 73,9 88,7	13,2 78,5 91,7	10,6 81,9 92,5	10,6 81,8 92,4	10,4 82,2 92,6	12,8 70,0 82,8	25,7 54,0 79,7	10,0 89,0 99,0
326 10	0,820 -7° 54° 58° 64° 48° 3,5 14,0 38,0 83,0 169° -	0,822 -8° 53,5° 58° 64° 52° 3,5 14,5 38,0 77,5 169°	0,818 -6° 54° 57° 62,5 50° 2,5 10,5 35,0 88,5 164° 41,8	0,820 -6° 53,5° 56° 62° 54° 2,0 10,5 39,0 86,0 167° 44,8	0,808 -7° 54,5° 57° 63,5 46° 4,0 17,0 45,5 89,5 164° 23,7	0,816 -12° - - - 53° 3,0 3,0 15,0 41,0 82,0 173° 20,6 82,0 -	0,826 -23,2° 5,5° 66° 74° 37° 7,5 37,5 57,0 69,0 168° 8,8(4,4) 87,6 95,5	0,838 -20,5° - - - 96° - - 37,5 9,0 75,0 172° 10,8
30	0,934 -26° 176° 30,0 72,5 88,0 356° 3,49 1402	0,932 -25° 175° 33,0 71,5 89,0 350 2,64 1403	0,930 -23° 175° 32,5 73,5 90,0 354 2,32 1404	0,930 -27° 175° 31,5 73,0 90,0 350 2,1 1405	0,926 -25° 178° 27,0 70,0 89,0 350 - 1406	0,920 -26° 172° 42,0 76,0 92,0 342° - 1408	0,922 -33° 173° 48,5 85,0 94,0 360° - 3634	0,902 -21° 174° 7,5 78,5 91,0 360° - 1400