

Katalytische Crackversuche im 50 Ltr.-Schleusofen (701 S).

Der im Dezember vorigen Jahres in Lu 498 fertiggestellte Schleusofen von 50 Ltr. Inhalt für katalyt. Crackzwecke, s. Ber. v. 11.12.42 Dr. Free 209041 ist in der Folgezeit unter verschiedenen Bedingungen gefahren worden.

Durch den Mangel an geeigneten Heizmänteln waren in der ersten Zeit wiederholte Stilllegungen nötig, wodurch erhebliche Versögerungen in der dauernden Inbetriebnahme eintraten. Ausserdem zeigten sich beim Fahren einige unvorhergesehene Schwierigkeiten, die Änderungen des Ofens nötig machten.

Die Verwendung von T-Pillen (statt Kugeln), die sich beim probeweisen Schliessen des Kontakts ohne Öleinspritzung gut bewährt hatte, war auch beim Übergang auf Öleinspritzung ohne jede Komplikation möglich. Verstopfungen oder Störungen im Katalysatorbett wurden in keinem Fall beobachtet. Erhöhter Abrieb bei Öleinspritzung konnte auch nicht beobachtet werden, allerdings fehlen noch genaue quantitative Ermittlungen.

Für die ersten Crackversuche wurde Terrana (K 6108) als Katalysator benutzt, da von dem synthetischen Si-Al-Katalysator (K 6752) genügende Mengen (der Ofen benötigt für kontinuierliches Fahren ca. 1 cbm Katalysator) noch nicht verfügbar waren. Inzwischen ist die halbertechnische Herstellung des K 6752 erfolgreich aufgenommen und der K 6108 gegen K 6752 ausgewechselt worden.

Bei K 6108 wurde in der Regel mit einem Katalysator-Durchsatz von 50 Ltr. pro Stunde ($Du = 1$ Vol. Kat/Vol. Ofenraum) und einem Öldurchsatz von 25 Ltr. pro Stunde ($Du = 0,5$ Vol. Öl/Vol. Ofenraum) gefahren.

Die Beheizung des Ofens erfolgte bis vor kurzem mit alten, im Betrieb vorhanden gewesenen Heizmänteln, die knapp eine Höchsttemperatur von 420°C zu erreichen gestatteten. Diese für K 6108 sehr niedrige Cracktemperatur konnte meistens nur 1 bis 2 Stunden gehalten werden infolge Überbeanspruchung der Heizwickelungen war nach dieser kurzen Zeit an irgendeiner Stelle die Wickelung durchgebrannt. Mittlerweile sind die alten unzureichenden Heizmäntel durch neue ersetzt worden, die die einwandfreie Einhaltung von Temperatur, auch oberhalb 420° ermöglichen.

Eine andere Schwierigkeit zeigte sich bei der Aufheizung des aus dem Vorratsbunker in die Ofenzone rutschenden Katalysators. Diese Aufheizung erfolgt in einem Zwischenbunker durch Aussen- und Innenbeheizung. Das Heizelement für die Innenbeheizung ist stabförmig und in einem zylindrischen Mantel aus V₂A-Blech untergebracht. Beim Cracken steigen Öldämpfe bis in den Zwischenbunker heran und gelangten dabei durch undichte Stellen (Schweissnähte) des V₂A-Mantels an den Innen-

heizer, auf dem sie zu Koks verkrackten. Hierdurch bildeten sich Brücken über der Heizwicklung die zu Kurzschluss und Durchschmelzen der Heizwicklung führten. Durch Auswechslung des undichten Blechmantels ist dieser Übelstand jetzt auch beseitigt.

Die Abführung der Krackprodukte geschah über eine im Wärmeaustausch mit dem Einspritzöl stehende Leitung. Der sehr klein bemessene eigentliche Wärmeaustauscher ist für Hochdruckapparaturen geschaffen worden und hatte engen Rohrquerschnitt. Der Katalysator hat trotz sorgfältigen Abziehens immer etwas Staubgehalt und dieser Staub wird von den Öldämpfen mitgerissen. Er setzt sich an engen Stellen der Ausgangsleitung ab. Dies geschah vornehmlich in dem erwähnten Wärmeaustauscher, der deswegen entfernt werden mußte. Weitere Stellen, an denen Staubablagerungen festgestellt wurden, waren Engpässe in Ventilen, sowie die ringförmige Ableitung für die Krackprodukte im Katalysatorraum des Ofens. An letzterer Stelle wurden die Ablagerungen besonders unangenehm, weil hier durch das mit ziemlicher Geschwindigkeit abziehende Krackprodukt auch Katalysatorpillen abgelagert wurden, die den Leitungsquerschnitt gleich so stark verengten, daß in kurzer Zeit durch ganz geringe Staubmengen völlige Verstopfung eintrat. Diese Schwierigkeit konnte dadurch behoben werden, daß die Ringleitung mit einem Schutzblech abgedeckt wurde. Die gesamte Ableitung der Krackprodukte wurde auf einen Durchmesser von 1 Zoll gebracht.

Durch Verstopfung der Abgangseite des Ofens entstand naturgemäß sofort mehr oder weniger starker Druck, der ein Durchschlagen der Öldämpfe in die Ausschleusvorrichtung zur Folge hatte. Dadurch kam der Katalysator bei solchen Störungen vollkommen Öldurchtränkt aus dem Ofen und die Verluste an Produkt wurden erheblich. Es wird zwar, um ein Durchschlagen der Dämpfe in die Ausschleusvorrichtung zu vermeiden, dauernd mit Stickstoff, entgegen der Bewegungsrichtung des Katalysators, gespült, doch reicht bei nur geringen Verstopfungen der für das abschliessende Druckfass zulässige Druck nicht mehr aus, um ein Durchtreten von Öldampf nach unten zu verhindern. Bei der durch vorhandenes Material weitgehend gegebenen Bauart des Ofens, der sehr hoch und schmal ist, ergibt sich zwangsläufig bereits ein grosser Widerstand für die Krackprodukte durch die hohe Katalysatorschicht, die durchströmt werden muss. An der Einspritzpumpe stellt sich beim Fahren ein Druck von 2 atm ein. Der Druck des Spül- N_2 wird auf 0,1 bis 0,5 atm eingestellt, was meistens genügt, um Öldurchtritt zu verhindern.

Bei Neukonstruktion eines Schleusofens für katalytisches Kracken sollte unbedingt eine kurze, breite Krackzone mit langem und vergleichsweise engem Katalysator-ein- und -austritt gewählt werden, um möglichst geringen Widerstand für die Öldämpfe im Ofen zu bekommen. Zweckmässig wäre auch ein Zufahren von Katalysatorstaub an der Austrittsstelle des Katalysators aus der Reaktionszone. Hierdurch würde ein Durchschlagen von Öl nach unten hin auch ohne Verwendung von Spülstickstoff vermieden (s. Zeichnung). Die Abtrennung des Staubs von den Pillen ist durch Einbau einer einfachen Siebvorrichtung ohne jede Schwierigkeit vor der Regeneration der Pillen möglich.

Für die Krackversuche wurde bisher nur ein Reithrock-Mittelöl (P 1338) benutzt.

Tabelle 1 enth. lt die Daten des Einspritzöls und die Ergebnisse der ersten 13 Versuche.

Bei den Versuchen 1 mit 6, die mit einem Katalysatordurchsatz von 1 Vol/1 Vol. Ofenraum und Stunde und einem Öldurchsatz von 0,5 Vol/Vol. Ofenraum und Stunde gefahren wurden trat nach längerer oder kürzerer Betriebszeit Verstopfung ein. Es traten Öldämpfe am Kontaktauslass aus, wodurch mehr oder minder große Verluste an Produkt sowie eine Beeinflussung der Zusammensetzung des Anfallproduktes verursacht wurde. Zwischen den einzelnen Versuchen wurden Änderungen am Ofen vorgenommen, um die Ursachen der Störungen zu beseitigen.

Nach Vers. 2 wurde die Wasserkühlung des den Reaktionsraum verlassenden Katalysators abgestellt.

Nach Vers. 4 wurde statt der Kühlstrecke eine Beheizung eingebaut. Von Vers. 6 an wurde im Raum der jetzt beheizten früheren Kühlstrecke aus 2 Ringleitungen H_2 , der auf 420° erhitzt war, eingeblasen und der Wärmeaustauscher ausgebaut.

Vers. 7 verlief ohne Störungen und dürfte die beim Schleusen verzielbaren Versuchsergebnisse für K 6108 richtig wiedergeben.

Bei Vers. 8 mit 10 wurde der Katalysatordurchsatz verdoppelt. Hierbei trat wieder Öl mit dem verbrauchten Katalysator aus. Die Ringleitung für den Produkt-austritt wurde mit einem Schutzblech verkleidet.

Ab Vers. 11 wurde K 6752 statt K 6108 gefahren.

Bei Versuch 11 bis 12 wurde der Öldurchsatz verdoppelt, was besonders starken Öldurchtritt am unteren Ofenteil zur Folge hatte, der bei Vers. 12 durch eine Verstopfung des Produktausganges noch erheblich grösser wurde.

Bei Versuch 13 war ebenfalls Verstopfung eingetreten.

Die in Tabelle 1 angegebenen Versuchsergebnisse und Produkteigenschaften sind daher - mit Ausnahme von Vers. 7 - als nicht einwandfrei anzusehen.

Der für die Versuche verwendete K 6108, der teilweise stark ölhaltig war, wurde in der Weißerdefabrik Bau 35 in einem dort vorhandenen Schlensofen von 60 Liter Inhalt regeneriert. Es stellte sich nach der Regeneration heraus, daß dieser Ofen nicht aus zunderfreiem Material bestand. Die Folge war, daß der Kontakt bei der Regeneration stark mit Fe_2O_3 verunreinigt wurde und rotbraune Farbe bekam. Eine Aktivitätsprüfung des regenerierten Katalysators in 3 Liter-Ofen zeigte demgemäß einen katastrophalen Rückgang der Spaltleistung.

Die Prüfung hatte in 2 Versuchen folgendes Ergebnis bei F 1233 Gasöl:

Katalysator	K 6108 in Bau 35 regeneriert		K 6108 normal regeneriert	
	420°	420°	420°	420°
Temp.				
Dr. (V/V/Std.)	1	1	1	1
Dauer. Std.	1	1	1	1
% Bi - 160°	13,7	9,3	21,0	21,5
% Ni	61,0	85,2	70,1	69,0
% Co_2	0,6	0,6	3,1	3,2
% Gas Koks+Verl.	4,7	4,3	5,8	6,3
Spez. Gew. Anfall	0,832	0,834	0,822	0,824
Bi-Konz.	14,5%	9,7%	22,3%	23,7%
Vers. Nr.	4619	4620	2703	2717

Erläuterung:

a ist der untere Teil des Schleusofens, der mit Katalysatorpillen gefüllt ist und in dem sich die Ringleitung d für den Öleintritt befindet. Dieser Teil mündet in einen engeren, oben erweiterten Teil b, in den feiner Kontaktstaub oder anderes inertes Material gefördert wird. Das staubförmige Gut mischt sich mit den Pillen beim Austritt nach unten und es entsteht so eine Art von Pfanne. Von dem rotierenden Teller c wird durch den Abstreiffinger e eine bestimmte Menge in der Zeiteinheit abgenommen, die auf eine (nicht gezeichnete) Sieborrichtung fällt.

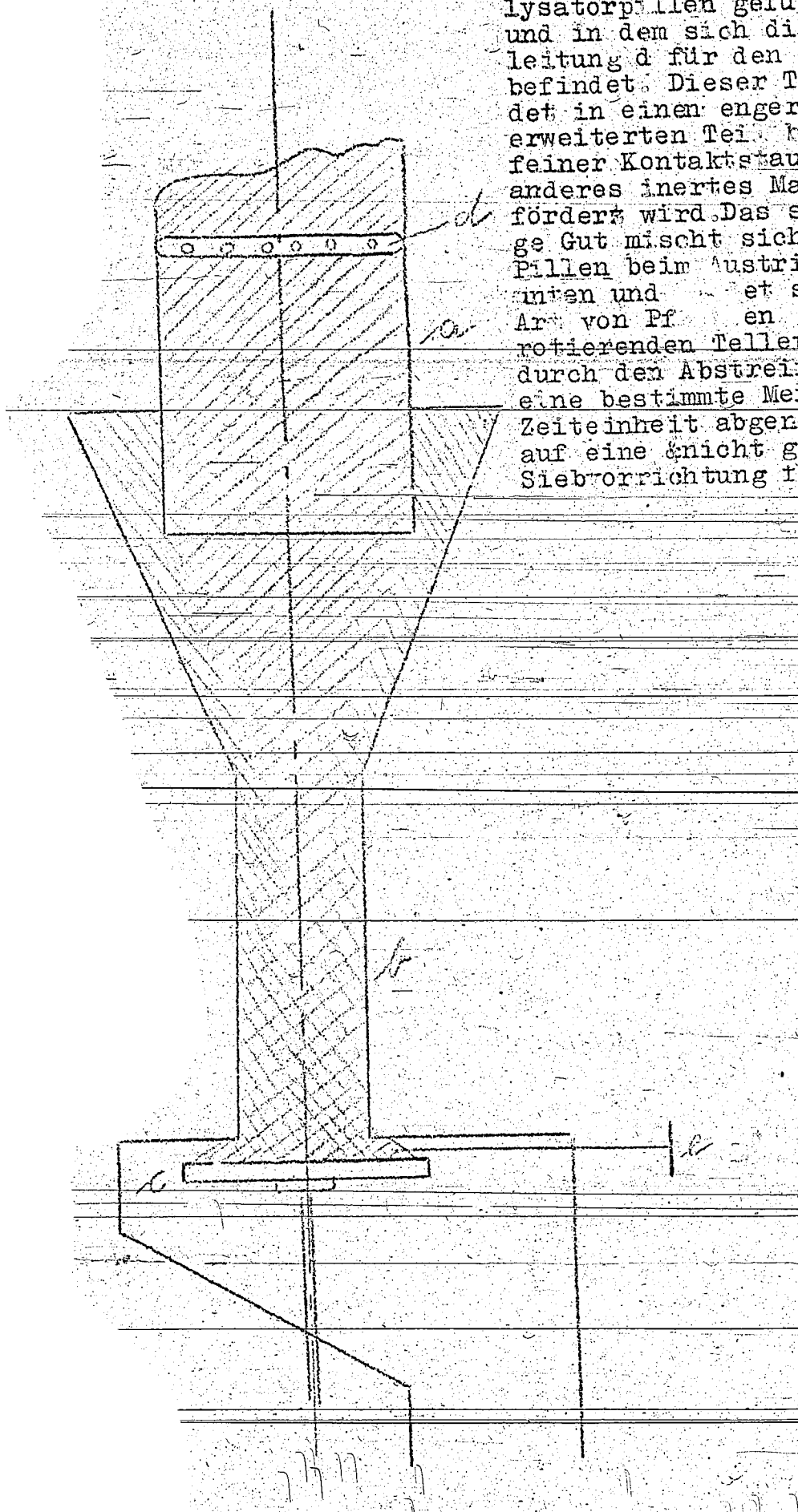


Tabelle 1.

Schleusofen 701 S

P 1338 Reitbrook Gasöl

Katalysator	K 6108 T-Pillen										K 6752 T-Pillen		
Temp.	420°										420°		
Du (Öl) V/V/Std.	0,5	0,5	0,5	0,5	0,5	0,5	0,5	0,5	0,5	0,5	1	1	0,5
Du (Kat) "	1	1	1	1	1	1	1	2	2	2	1	1	1
Dauer (Std)	5	3	2	1,5	1,5	2	3	2	4	1	1	1,5	1
Vers. Nr.	1	2	3	4	5	6	7	8	9	10	11	12	13
Binspr. kg.	134	84,5	51,5	36,0	34,5	48,0	75,5	48,0	99,72	22,5	42,8	54,4	17,5
Anfall kg	92,6	53,65	46,21	27,0	28,8	40,8	70,9	41,65	83,09	19,0	33,5	26,4	8,9
	ohne Gasbl			ohne Gasbl									
Spez. Gew. Anfo.	0,828	0,822	0,830	0,820	0,808	0,813	0,818	0,832	0,834	0,826	0,826	0,824	0,790
Gas (Liter)	7000	7425	6000	2500	1800	—	8000	10380	22500	6450	3800	6700	1350
Gew. Ausb. (fl)	69	63,3	89,9	75,0	83,4	85,0	93,8	87,0	83,5	84,5	78,2	48,4	50,9
% Bi -180°	13,7	18,2	18,6	20,1	30,0	28,9	29,5	15,6	20,6		22,3	16,8	
% Mi bez. a. Ein- spr.	55,1	45,0	70,9	54,4	53,0	55,8	64,0	71,1	63,0		56,0	31,6	
% Gas+Koks + Verl.	31,2	36,8	10,5	25,5	17,0	15,3	6,5	13,3	16,4		21,7	51,6	
Bi-Konz.	19,8	28,6	20,7	26,9	36,0	34,0	31,5	18,0	24,6		28,5	34,8	
G+K+Verl/ Bi+G+K+Verl.	69,7	67,0	36,0	56,0	36,2	34,6	18,1	46,1	44,4		49,4	75,2	
Bi -180°													
Spez. Gew.	0,746	0,750	0,758	0,742	0,723	0,730	0,732	0,746	0,760		0,754	0,778	
A.P. °C	36	33	37	36,5	37	36,5	35	36,5	32,5		35,5	15	
Beginn	32	32	44	31	30	32	36	43	52		43	51	
% -70°	14,0	15,0	9,0	16,5	25,5	20,5	17,5	16,5	9,0		11,5	6,5	
-100°	29,0	30,5	27,0	35,5	45,0	39,5	38,5	41,0	26,0		34,0	20,5	
-120°	41,5	42,5	42,0	50,5	55,0	52,5	52,0	56,0	40,0		48,5	35,5	
-150°	65,0	65,5	73,0	81,0	80,0	76,5	75,5	85,0	68,0		75,5	70,0	
-180°	95,0	92,5	96,5	97,0	97,5	97,5	97,5	—	95,0		95,5	97,5	
E °C	192	194	188	186	186	186	186	178	190		190	184	
Jod-Zahl	64,8	52,8	50,9	43,1	57,2	61,7	58,7	—	—		37,0	—	
O.Z. (M)	73,5	74,3	69,5	72,3	78,6	79,5	77,5	—	—		—	—	
+0,12% Pb	80,0	83,0	76,0	83,2	87,5	87,5	86,5	—	—		—	—	
Spez. Gew.	0,854	0,856	0,852	0,850	0,860	0,857	0,855	0,856	0,860		0,860	0,890	0,848
A.P. °C	52,5	48,5	52,5	50,5	43,5	44	48	48	46		48,5	zu	56
-225°	19,0	15,0	16,0	22,0	24,0	21,0	26,0					dunkel	11,0
-250°	43,5	46,5	45,0	49,0	52,0	51,0	50,0						33,5
-300°	84,0	87,0	84,0	89,0	88,0	87,0	90,0						74,0
-325°	94,0	95,5	94,0	96,0	96,5	96,0	97,0						87,0
-350°	97,5	—	—	—	98,0	—	99,0						96,5
E °C	360	347	350	345	354	348	350						350

Einspr. Prod

(P 1338)

Gegenüber einem in normalen Betrieb regenerierten Katalysator hat der Katalysator nur noch ca. 65 % bzw. 43 % seiner Spaltaktivität.

Für die Regeneration der Katalysatoren aus dem Schleusenofen wird z. Zt. ein Ofen aus zunderfestem Material in der Weißerdefabrik eingerichtet.

gez. Free

Hochdruckversuche
Lu 558

Zurück an
Vorzimmer Dir. Dr. Piet.
5. März 1943 Lr.

Meldung vom 15. bis 28. Februar 1943

Werk:	Flugbenzin	ET llo	Autobenzin	Dieselöl	Treibgas	Heizöl	Paraffin	Schmieröl	Zusammen:
Leuna	9485	-	-	12089	2048	-	-	-	23 622
Böhlen	-	-	9364	-	1092	-	-	-	10 456
Magdeburg	-	-	4179	3962	291	-	-	-	8 432
Zeitz	-	-	4335	6026	347	-	431	484	11623
Scholven VT7o5	8460	-	-	-	1003	629	-	-	10 092
Gelsenberg VT7o7	12350	-	-	-	3107	-	-	-	15 457
Welheim VT7o6b	1630	-	-	-	580	4150	-	-	6 360
Pölitze DHD VT7o8	14212	-	-	-	2012	-	-	-	16 224
Lützkendorf	-	-	355	775	-	-	-	-	1 130
Wesseling	-	-	2052	4292	-	-	-	-	6 344
Moosbierbaum HF	-	-	-	-	-	-	-	-	-
Brux	-	-	2244	3987	-	-	-	-	6 231
Ludwigshafen	1948	-	-	-	-	-	-	-	1 948
	48085	-	22529	31131	10480	4779	431	484	117 919

90773

Hochdruckversuche
Lu 558

Zurück an
Vorzimmer Dir. Dr. Pier
5. März 1943
Lr.

Meldung vom 1. bis 28. Februar 1943

Werk;	Flugbenzin	ET ilo	Autobenzin	Dieselöl	Treibgas	Heizöl	Paraffin	Schmieröl	zusammen:
Leuna	21113	-	-	25165	4831	-	-	-	51 109
Böhlen	-	-	19538	-	1649	-	-	-	21 187
Magdeburg	-	-	8865	8476	658	-	-	-	17 999
Zeitz	-	-	8119	11722	452	-	1529	1417	23 239
VT705 Scholven	18225	-	-	-	2268	629	-	-	21 122
VT707 Gelsenberg	26259	-	-	-	6713	-	-	-	32 972
VT706b Weheim	3400	-	-	-	1170	8050	-	-	12 620
DHD VT708 Pölitz	30451	-	-	-	3786	-	-	-	34 237
Lützkendorf	-	-	692	1569	-	-	-	-	2 261
Wesseling	-	-	5073	9944	-	-	-	-	15 017
HT Moosbierbaum	2645	-	-	-	82	-	-	-	2 727
Brux	-	-	4353	8288	-	-	-	-	12 641
DHD Ludwigshafen	4223	-	-	-	-	-	-	-	4 223
	106316	-	46640	65164	21609	8679	1529	1417	251 354

929
40773