

DEUTSCHES REICH



AUSGEGEBEN AM
24. APRIL 1941

REICHSPATENTAMT
PATENTSCHRIFT

2813

№ 705 311

KLASSE 12^o GRUPPE I^o₃

R 95984 IV d/12^o

Ruhrchemie Akt.-Ges. in Oberhausen-Holten*)

Verfahren zur Regenerierung eines für die katalytische Umwandlung von Kohlenoxyd-Wasserstoff-Gemischen benutzten, auf einer Trägersubstanz aufgebrauchten Katalysators

Patentiert im Deutschen Reich vom 2. April 1936 an

Patenterteilung bekanntgemacht am 20. März 1941

Die wirksamen Bestandteile der für die CO-Hydrierung benutzten Kontakte werden infolge des hohen Bedarfs an den bei der CO-Hydrierung erhaltenen Produkten in solchen Mengen benötigt, daß eine stetige Regenerierung der nach langem Betrieb nicht mehr mit genügender Ausbeute arbeitenden Kontakte erforderlich wird. Zur Verhütung eines Nachlassens der katalytischen Wirksamkeit der Kontakte findet bekanntlich eine Reihe von Maßnahmen Verwendung, wie Hitzebehandlung mit reduzierenden oder inerten Gasen, Behandlung mit Lösungsmitteln, Ausglühen u. dgl. Nach einer gewissen, gegebenenfalls mehrere Monate betragenden Zeit läßt sich jedoch auch durch Anwendung sämtlicher bisher angewandter Maßnahmen eine Regenerierung der Kontakte mit technisch brauchbarem Ergebnis nicht mehr erzielen. Es wird alsdann erforderlich, die katalytisch wirksamen Bestandteile durch Einwirkung von Lösungsmitteln, vornehmlich Säuren, aus den Kontakten herauszulösen, aus denen nach Abtrennung von der Trägersubstanz in bekannter Weise unter Verwendung von neuen Träger-

substanzen mit Fällungsmitteln neue Kontakte hergestellt werden.

Die Herstellung brauchbarer Kontakte unter Verwendung von Lösungen, die durch Säurebehandlung von gebrauchten Kontakten erhalten sind, stößt nun auf unvorhergesehene Schwierigkeiten. Die aus den gebrauchten Kontakten erhaltenen Lösungen enthalten offensichtlich noch irgendwelche Fremdstoffe, die teils aus den gebrauchten Apparaturbaustoffen stammen können und teils auch bei der Durchführung der Kohlenoxydhydrierung auf irgendeine andere Weise hineingelangt sein müssen. Jedenfalls läßt sich aus diesen Lösungen kein Kontakt gewinnen, der an Wirksamkeit auch nur annähernd einem aus frischen Ausgangsmaterialien gewonnenen Kontakt entspricht.

Es wurde nun gefunden, daß ein Kontakt von der ursprünglichen Wirksamkeit aus solchen Lösungen dann gewonnen werden kann, wenn diese Lösungen zunächst einer Vorfällung unterworfen werden. Praktisch wird man dabei so vorgehen, daß man zunächst der Lösung geringe Mengen an einem

*) Von dem Patentsucher sind als die Erfinder angegeben worden:

Dr. Otto Roelen und Dr. Walter Feisst in Oberhausen-Holten.

alkalischen Fällungsmittel, z. B. Soda, zugibt und den hierbei erhaltenen Niederschlag von der Lösung abtrennt, worauf die katalytisch wirksamen Stoffe mit der restlichen Soda ausgefällt werden.

Eine weitere wichtige Maßnahme bei der Regenerierung von für die katalytische Umwandlung von CO-H₂-Gemischen benutzten, auf einer Trägersubstanz aufgebrauchten Katalysatoren besteht darin, daß nach Vorfällung der störenden Fremdstoffe aus der von der Trägersubstanz abgetrennten Lösung der wirksamen Katalysatorsubstanz die Trägersubstanz zwecks Abkürzung der Verweilzeit letzterer in der Lösung erst nach vollendeter oder fast vollendeter Fällung zugegeben wird. Der Vorteil dieser Maßnahme besteht darin, daß die lösende Wirkung des alkalischen Fällungsmittels auf die Trägersubstanz auf ein praktisch zu vernachlässigendes Maß herabgesetzt oder vollständig ausgeschlossen wird. Die Anwendung dieser Maßnahme wird von besonderem Wert, wenn als Trägersubstanz kieselensäurehaltige Stoffe, wie Kieselgur, verwandt werden, die im allge-

meinen alkaliempfindlich bleiben. Eine praktisch irgendwie in Betracht kommende Bildung von Alkalisilicat, das durch Einwirkung auf die gelösten katalytisch wirksamen Bestandteile schwer lösliche, katalytisch unwirksame Schwermetallsilicate bildet, findet somit bei Anwendung dieser Maßnahme nicht statt.

PATENTANSPRUCH:

Verfahren zur Regenerierung eines für die katalytische Umwandlung von Kohlenoxyd-Wasserstoff-Gemischen benutzten, auf einer Trägersubstanz aufgebrauchten Katalysators, dadurch gekennzeichnet, daß aus der nach Auflösung der wirksamen Katalysatorsubstanz und Abtrennung der Trägersubstanz erhaltenen Lösung zunächst störende Fremdstoffe durch Vorfällung entfernt werden, worauf die Trägersubstanz zwecks Abkürzung der Verweilzeit letzterer in der Lösung erst nach vollendeter oder fast vollendeter Fällung zugegeben wird.