


 AUSGEBEBEN AM
 19. SEPTEMBER 1941

 REICHSPATENTAMT
 PATENTSCHRIFT

№ 710677

 KLASSE 12₀ GRUPPE 1₀₃

C 51809 IVd/12 0

305

Carbo-Norit-Union-Verwaltungs-Gesellschaft m. b. H. in Frankfurt, Main

 Verfahren zur Wiederbelebung von Adsorptionsmitteln, die zur Abscheidung
 von Kohlenwasserstoffen aus Gasen der Benzinsynthese gedient haben

Patentierte im Deutschen Reich vom 11. Juli 1936 an

Patenterteilung bekanntgemacht am 7. August 1941

Bei der Umsetzung von Oxyde des Kohlen-
 stoffs und Wasserstoff enthaltenden Gasen
 unter der Wirkung geeigneter Katalysatoren
 und unter geeigneten Temperatur- und Druck-
 5 bedingungen werden bekanntlich kohlenwas-
 serstoffreiche Endgase, sog. Syntheseend-
 gase, erhalten, aus denen wertvolle Treib-
 stoffe abgeschieden werden können. Die Ge-
 winnung der Treibstoffe aus den Synthese-
 10 gasen, beispielsweise die Abscheidung des
 Benzins aus Gasen der Fischer-Tropsch-Ben-
 zinsynthese, erfolgt nach einem bekannten
 Verfahren in der Weise, daß die Gase durch
 feste Adsorbentien, z. B. Aktivkohle, geleitet
 15 werden, wobei sich die Kohlenwasserstoffe
 in den Poren des Adsorptionsmittels nieder-
 schlagen. Die abgeschiedenen Kohlenwasser-
 stoffe werden hierauf in der Hitze, beispie-
 lweise mittels Wasserdampf, wieder aus den
 20 Adsorptionsmitteln ausgetrieben und dann
 aus dem Austreibegemisch durch Kondensa-
 tion in flüssiger Form zurückgewonnen.

Bei der Behandlung der Syntheseendgase
 mit Adsorptionsmitteln bilden sich Polymeri-
 25 sate bzw. Harze, die sich in den Poren des
 Adsorptionsmittels absetzen und seine Adsorp-
 tionsfähigkeit herabmindern. Diese festen Ab-
 scheidungen benachteiligen den Gewinnungs-
 prozeß in hohem Maße aus dem Grund, weil
 30 sie bei der Abtreibung der Kohlenwasserstoffe
 von den Adsorptionsmitteln, beispielsweise
 mittels Wasserdampf, nicht mit abgetrieben

werden, sondern in den Adsorptionsmitteln
 zurückbleiben. Die Folge ist, daß das Ad-
 sorptionsmittel nach längerer Betriebszeit eine
 35 derart starke Einbuße seiner Adsorptions-
 fähigkeit erleidet, daß es zur weiteren Be-
 nutzung unbrauchbar wird.

Es wurde nun gefunden, daß eine Regene-
 ration solcher Adsorptionsmittel, die zur Ab-
 40 scheidung von synthetischem Benzin gedient
 haben, durch Extraktion möglich ist, wenn
 man die geschädigten Adsorptionsmittel zu-
 nächst einer Behandlung mit schwerem Ben-
 zin von einem Siedebereich zwischen 120
 45 und 250° unterwirft, hierauf mit einem Ben-
 zin im Siedebereich zwischen 30 und 120°
 behandelt und die bei dieser Behandlung
 im Adsorptionsmittel verbliebenen Lösemittel-
 50 reste anschließend durch Ausdämpfen ab-
 treibt.

In Ausführung des Verfahrens gemäß Er-
 findung ist nach Möglichkeit dafür Sorge
 zu tragen, daß die aufeinanderfolgende Ex-
 55 traktion mit schwerem und leichtem Benzin
 in der Nähe des Siedepunktes der Benzine
 durchgeführt wird. Zweckmäßig ist es, noch
 oberhalb des Siedepunktes der Benzine zu
 arbeiten, in welchem Falle die Extraktion
 60 natürlich unter entsprechend erhöhtem Druck
 durchgeführt werden muß.

Die Extraktionsregeneration gebrauchter
 Adsorbentien durch Behandlung mit Löse-
 mitteln ist an sich bekannt. So ist bereits

vielfach vorgeschlagen worden, Adsorptionsmittel, wie Bleicherden, Kohle, Kieselgel u. dgl., die zur Reinigung von Mineralölen o. dgl. gedient haben, mit organischen Lösemitteln, wie z. B. Benzol, Benzol, Äther, Alkohol o. dgl., von den aufgenommenen Verunreinigungen zu befreien. Bei derartigen Adsorptionsmitteln, die als Entfärbungsmittel bei der Reinigung von Ölen oder anderen Flüssigkeiten gedient haben, handelt es sich jedoch um eine Schädigung durch Stoffe, die in den behandelten Ölen oder Flüssigkeiten bereits vorhanden sind und deren Lösefähigkeit bekannt ist. Demgegenüber werden bei der Adsorptionsbehandlung von Synthesegasen in den Adsorptionsmitteln Stoffe niedergeschlagen, die sich erst in Berührung mit den Adsorbentien bilden und im Kontakt mit ihnen Umwandlungsstoffe bilden, die in den üblichen Lösemitteln schwer bzw. gar nicht löslich sind. Tatsächlich hat sich auch gezeigt, daß solche für den Fachmann gegebenenfalls naheliegenden Lösemittel, wie Benzol oder Benzol, versagen. Wenn nun bei diesem Stande der Technik erfindungsgemäß festgestellt wurde, daß die bei der Behandlung von Synthesegasen in Adsorbentien abgeschiedenen schädlichen Stoffe mittels Schwerbenzin vor einem Siedebereich zwischen 120 und 250° fast restlos beseitigt werden können, so war dies angesichts des Verhaltens der bisher zu diesem Zweck verwendeten Lösemittel nicht zu erwarten. Der Vorschlag, die Regeneration mit Schwerbenzin durchzuführen, lag weiterhin auch darum nicht nahe, weil dieses hochsiedende Lösemittel durch das übliche Ausdampfen nicht ohne weiteres wieder zu entfernen ist. Seine Entfernung erfolgt darum erfindungsgemäß durch Behandlung mit Leichtbenzin, das seinerseits erst durch Ausdampfen wieder abgetrieben wird und dessen zusätzliche Verwendung mit Rücksicht auf die festgestellte gute Extraktionswirkung von Schwerbenzin ohne Nachteil in Kauf genommen werden kann.

Nachfolgend werden Vergleichsversuche wiedergegeben, die die Wirkung der beanspruchten Lösemittelbehandlung im Vergleich mit der Anwendung bekannter Lösemittel zeigt.

Eine körnige Aktivkohle, die in längerem Betrieb zur Abscheidung von Benzinkohlenwasserstoffen aus Endgasen der Fischer-Tropsch-Benzinsynthese gedient hatte und die

in ihrer Aktivität so weit gesunken war, daß ihre Aufnahmefähigkeit gegenüber einem bei 20° gesättigten Benzoldampf-Luft-Gemisch nur noch 12% statt 36% betrug, wurde verschiedenen Extraktionsversuchen unterworfen.

1. Die Kohle wurde einer dreistündigen Extraktion im Soxhlet-Apparat durch Behandlung mit Leichtbenzin im Siedebereich von 30 bis 120° unterworfen. Nach der Extraktionsbehandlung war die Aufnahmefähigkeit von 12% auf 14% gestiegen.

2. Die Kohle wurde in gleicher Weise einer Extraktionsbehandlung mit Benzol unterworfen. Nach der Behandlung betrug die Aufnahmefähigkeit 22%.

3. Die Kohle wurde gemäß Erfindung zunächst 3 Stunden mit Schwerbenzin vom Siedebereich 150 bis 240° behandelt. Die Extraktion erfolgte, das gleiche war auch bei den vorbeschriebenen Versuchen der Fall, bei der Siedetemperatur des Extraktionsmittels. Nach der Behandlung mit Schwerbenzin wurde eine Extraktion mit Leichtbenzin, Siedebereich 60 bis 120°, durchgeführt. Nach anschließendem Ausdampfen und Trocknen der Kohle wurde eine Beladungsfähigkeit von 32%, das sind 90% des ursprünglichen Wertes, festgestellt.

PATENTANSPRÜCHE:

1. Verfahren zur Wiederbelebung von Adsorptionsmitteln, z. B. aktiver Kohle, die zur Abscheidung von Kohlenwasserstoffen aus Gasen der Benzinsynthese gedient haben, dadurch gekennzeichnet, daß das geschädigte Adsorptionsmittel nacheinander einer Behandlung mit einem schweren Benzin von einem Siedebereich zwischen 120 und 250° C und einem leichten Benzin von einem Siedebereich zwischen 30 und 120° bei einer Temperatur unterworfen wird, die beim oder in der Nähe des Siedepunktes der Benzine liegt, und daß anschließend an die Benzinbehandlung eine Behandlung des Adsorptionsmittels mit Wasserdampf vorgenommen wird.

2. Verfahren nach Anspruch 1, dadurch gekennzeichnet, daß die aufeinanderfolgende Extraktion mit schwerem und leichtem Benzin oberhalb des Siedepunktes der Benzine unter Anwendung von Druck durchgeführt wird.

Ergänzungsblatt

zur Patentschrift 710 677 Klasse 12c Gruppe 1/03
Vom Patentsucher ist als der Erfinder angegeben wor-
den:
Dr.-Ing. Willy Herbert in Frankfurt a.M.-Eschersheim.