

Erteilt auf Grund der Verordnung vom 12. Mai 1943

(RGBl. II S. 150)

DEUTSCHES REICH

AUSGEBEN AM
2. SEPTEMBER 1943



REICHSPATENTAMT
PATENTSCHRIFT

№ 738813

KLASSE 12g GRUPPE 4 01

B 194513 IVb/12g

3231

✱ Dr. Erwin Sauter und Hermann Denker in Schwarzheide-Wandelhof ✱
sind als Erfinder genannt worden

Braunkohle-Benzin AG. in Berlin

Verfahren zum Wiederbeleben von durch Kohlenstoff- oder Teerabscheidungen
verunreinigten Katalysatoren

Patentiert im Deutschen Reich vom 5. Juni 1941 an

Patenterteilung bekanntgemacht am 29. Juli 1943

Bei vielen katalytischen Umsetzungen organischer Stoffe bei höherer Temperatur, z. B. dem Spalten von Kohlenwasserstoffen, Polymerisieren von Ungesättigten usw., insbesondere auch der Herstellung von Kohlenwasserstoffen aus Kohlenoxyd und Wasserstoff bei normalem oder erhöhtem Druck unter Benutzung von Metallen der Eisengruppe als Katalysatoren, wird häufig eine Abscheidung von schwer- oder nichtflüchtigen Stoffen von teerartiger Beschaffenheit oder auch von mehr oder weniger reinem Kohlenstoff beobachtet. Es ist bekannt, derartige Abscheidungen von Teer oder Kohlenstoff durch Abbrennen zu beseitigen, indem ein sauerstoffhaltiges Gas, z. B. Luft, die gegebenenfalls noch mit inerten Gasen, wie Rauchgas, Dampf o. dgl., verdünnt sein kann, durch die Kontaktschicht hindurchgeleitet wird. Dabei werden die Abscheidungen entfernt, so daß die Katalysatoren, gegebenenfalls nach Behandlung mit

reduzierenden Gasen, von neuem benutzt werden können.

Es wurde gefunden, daß sich dieses bekannte Verfahren zum Wiederbeleben von Katalysatoren erheblich verbessern läßt. Es hat sich nämlich gezeigt, daß in den meisten Fällen diese Abscheidungen nicht gleichmäßig über die Kontaktschicht verteilt sind, sondern daß sie sich an einem Ende, meist der Eintrittsseite der umzusetzenden Gase oder Dämpfe in sehr viel stärkerem Maß als an anderen, tiefer liegenden Stellen vorfinden. In den meisten Fällen genügt es nun durchaus, die Regeneration der Kontakte nur an den Stellen vorzunehmen, an denen sich die stärksten Ablagerungen vorfinden, während verhindert wird, daß die übrigen Kontaktschichten von dem Regenerationsmittel durchströmt werden. Es gelingt auf diese Weise, die Wiederbelebung in sehr viel kürzerer Zeit mit geringerem Aufwand an Regenerationsmittel durch-

zuföhren. Besonders wertvoll ist die sehr bedeutende Ersparnis an meist teurem Reduktionsmittel, da nunmehr nicht der gesamte Kontakt reduziert werden muß, sondern nur der kleine, mit Sauerstoff behandelte Teil der Kontaktschicht.

Die praktische Durchführung der Behandlung nur eines Teils der Kontaktschicht mit dem Regenerationsmittel richtet sich nach der Bauart des Kontaktraumes. Ist die Länge der Kontaktschicht im Verhältnis zum Durchmesser groß, wie es z. B. bei Röhrenöfen der Fall ist, so wird zweckmäßig das Regenerationsmittel durch eine Sonde eingeföhrt, die bis zu der Stelle dringt, an der die Regeneration beginnen soll. Liegen keine Erfahrungen darüber vor, bis zu welcher Höhe der Kontaktschicht die Zone starker Belegung mit Abscheidungen reicht, so läßt sich dies meist leicht durch Messung des Strömungswiderstandes in verschiedenen Höhen feststellen, da in den Bereichen starker Ablagerungen dieser meist erheblich größer ist als an den noch freien Stellen. Besonders zweckmäßig ist es, durch die nicht mit Regenerationsmittel zu behandelnden Schichten ein inertes Gas zu schicken, welches verhindert, daß das Regenerationsmittel in diese Schichten hinein diffundiert.

An Stelle des Regenerationsmittel durch eine Sonde zu- und durch die Kontaktschicht abzuführen, kann man natürlich auch umgekehrt verfahren.

Beispiel

Bei einem Röhrenofen von 4,5 m Höhe, der zur Synthese von Kohlenwasserstoffen aus Kohlenoxyd und Wasserstoff bei etwa 3 atm mit Hilfe von Eisenkontakten benutzt wurde, zeigte sich nach geraumer Zeit, daß sich in der obersten vom Gas zuerst durchströmten Schicht erhebliche Mengen von Kohlenstoff abgeschieden hatten, was sich durch starke Erhöhung des Strömungswiderstandes (bis auf 3 atm.) und dem sehr langsamen Durchlaufen von zur Paraffinextraktion aufgegebenem Öl äußerte. Durch Einführung einer dünnen, gasdurchströmten Sonde von oben in die Kontaktschicht und Messung des Strömungswiderstandes bei verschlossenen unteren Gasabzugsrohr konnte festgestellt werden, daß die Hauptmenge des Kohlenstoffs sich in einer Zone befand, die weniger als ein Zehntel der gesamten Kontakt-

schichtlänge ausmachte. Wurde nun durch die Sonde erwärmte Luft eingeföhrt, so brannte der Kohlenstoff ab; dabei wirkt der pyrophore Eisenkontakt als Zünder. Durch Verfolgung des Strömungswiderstandes der Luft läßt sich unschwer das Ende der Regeneration erkennen, worauf der Ofen wieder in Betrieb genommen werden kann.

Leitet man während des Ab Brennens des Kohlenstoffs von unten her ein inertes Gas, wie Kohlensäure oder Stickstoff, ein, so läßt sich mit Sicherheit verhindern, daß durch abwärts diffundierende Luft die Oxydation in einer größeren Zone als gewünscht stattfindet.

Man kann auch so verfahren, daß man von unten her Inertgas durch die Kontaktschicht strömen läßt und nun von oben her langsam eine heiße Luft zuföhrende Sonde in die Kontaktschicht einföhrt und sie in dem Maße absenkt, wie das Abbrennen vor sich geht, was man durch Beobachtung des Strömungswiderstandes des Inertgases leicht verfolgen kann. Das Absenken erfolgt so tief, daß der Strömungswiderstand des Ofens bis auf den gewünschten Wert abgesunken ist.

PATENTANSPRÜCHE:

1. Verfahren zum Wiederbeleben von durch Kohlenstoff- oder Feerabscheidungen verunreinigten Katalysatoren durch Behandeln mit oxydierenden Gasen in der Wärme, dadurch gekennzeichnet, daß die oxydierenden Gase nur in die am stärksten verunreinigten Stellen der Kontaktschicht eingeföhrt werden, während der übrige Teil des Kontaktes nicht von ihnen durchströmt wird.

2. Verfahren nach Anspruch 1, dadurch gekennzeichnet, daß eine die oxydierenden Gase zuföhrende Sonde in die stark verunreinigte Kontaktschicht eingeföhrt wird und das Gas nur durch den stark verunreinigten Teil der Kontaktschicht hindurchgeföhrt wird.

3. Abänderung des Verfahrens nach Anspruch 2, dadurch gekennzeichnet, daß die oxydierenden Gase durch die verunreinigte Kontaktschicht zu- und durch die Sonde abgeföhrt werden.

4. Verfahren nach Anspruch 1, 2 oder 3, dadurch gekennzeichnet, daß während der Wiederbelebungs durch den wenig verunreinigten Teil der Kontaktschicht ein Inertgas geleitet wird.