

Erteilt auf Grund der Verordnung vom 12. Mai 1943

(RGBl. II S. 150)

DEUTSCHES REICH

AUSGEGEBEN AM
9. DEZEMBER 1944



REICHSPATENTAMT

PATENTSCHRIFT

Nr 749 793

KLASSE 12 e GRUPPE 1 01

B 185754 IVb/12 e

3888

Dr.-Ing. Ernst Weingaertner und Dipl.-Ing. Willy Seemann

in Schwarzheide über Ruhland, Lausitz,

sind als Erfinder genannt worden

Die Angabe des Patentinhabers unterbleibt

(VO. vom 15. 1. 44 — RGBl. II S. 5)

Verfahren zur Wiederbelebung verbrauchter Adsorptionsmittel

Patentiert im Deutschen Reich vom 31. Dezember 1938 an

Patenterteilung bekanntgemacht am 11. Mai 1944

Es ist bekannt, daß Adsorptionsmittel, wie z. B. Aktivkohle, Silicagel usw., welche zur Adsorption von Kohlenwasserstoffen aus Gasgemischen benutzt werden, langsam ihre
5 Wirksamkeit verlieren, da von dem Adsorptionsmittel nicht nur mit Wasserdampf wieder abtreibbare Stoffe festgehalten werden, sondern auch solche, welche so fest gebunden sind, daß ihre Entfernung bei dem üblichen
10 Austreiben der adsorbierten Stoffe mit Wasserdampf nicht mehr gelingt. Bei diesen auf übliche Weise nicht mehr entfernbaren Stoffen, kann es sich einerseits um verhältnismäßig
hochsiedende Stoffe handeln, welche in dem
15 Gasgemisch enthalten waren und von dem Adsorptionsmittel als solche unverändert aufgenommen worden sind. In vielen Fällen enthält das zu behandelnde Gasgemisch aber auch verhältnismäßig niedermolekulare Stoffe,

welche an dem Adsorptionsmittel einer Polymerisation zu höhermolekularen, nicht mehr mit Wasserdampf unter üblichen Bedingungen austreibbaren Stoffen unterliegen.

So wurde beobachtet, daß die Beladungsfähigkeit einer Aktivkohle, welche zur Entfernung von leichten Kohlenwasserstoffen aus Restgasen der Kohlenwasserstoffsynthese nach Fischer-Tropsch aus CO und H₂ benutzt wurde, im Laufe einiger Zeit erheblich zurückging.

Es wurde nun gefunden, daß sich ein solches, mit höhermolekularen Stoffen beladenes, nicht mehr mit Wasserdampf unter üblichen Bedingungen vollständig regenerierbares Adsorptionsmittel, insbesondere Aktivkohle, dadurch wiederbeleben läßt, daß es mit Wasserdampf von verhältnismäßig hoher Temperatur behandelt und nach der Behand-

lung durch Besprühen mit kaltem Wasser rasch abgekühlt wird.

Durch die Behandlung der mit höhermolekularen Stoffen teilweise beladenen Aktivkohle mit Wasserdampf bei verhältnismäßig hoher Temperatur, d.h. etwa 300 bis 500°, wird ein Teil der festgehaltenen Verunreinigungen ohne chemische Veränderungen fortgespült, ein anderer, insbesondere die Polymerisate niedrigmolekularer Verbindungen, unter Aufspaltung entfernt. Durch das plötzliche Abschrecken mit kaltem Wasser wird erzielt, daß Sekundärreaktionen, die zur Neubildung von Polymerisaten führen könnten, während der Abkühlzeit vermieden werden.

In einzelnen Fällen erweist es sich als vorteilhaft, dem zur Ausdämpfung benutzten Wasserdampf kleine Mengen, etwa 2 bis 3% Luft beizumischen. Dadurch wird die Aktivität der wiederbelebten Kohle erheblich gesteigert. Es empfiehlt sich, den Zusatz von Luft erst gegen Ende der Wasserdampfbehandlung vorzunehmen.

Es ist bereits vorgeschlagen worden, verbrauchte stückige Adsorptionsmittel mit Luft bei Temperaturen von 400 bis 500° zu behandeln, um die Verunreinigungen abzutrennen; dabei wurde die Temperatur durch Zuzusatz von Wasserdampf auf den gewünschten Wert eingestellt. Demgegenüber werden bei dem vorliegenden Verfahren die Verunreinigungen mit Hilfe von Wasserdampf entfernt, wobei sie im wesentlichen nicht oxidiert, sondern depolymerisiert werden; die gegen Ende der Ausdämpfung zugesetzten Luftmengen von 2 bis 3% sind größenordnungsmäßig geringer als bei bekannten Verfahren, die überdies die rasche Abkühlung nach dem Ausdämpfen nicht kennen.

Es ist weiter bekannt, feinpulvrige Entfärbungskohle, die sich bekanntlich völlig anders verhält, dadurch wieder zu beleben, daß sie im feuchten Zustand oder, falls sie trocken vorliegt, mit einer entsprechenden Wasser- oder Dampfmenge gegläht und danach in Wasser abgeschreckt wird. Dieses bekannte Verfahren unterscheidet sich von dem vorliegenden, daß ein anderes Material bei wesentlich höherer Temperatur mit vergleichsweise sehr geringen Wasserdampfmengen behandelt wird; weiterhin ließ sich nicht voraussehen, ob die stückigen Adsorbentien die schroffe Abkühlung, bei der sich Wasserdampf in großer Menge entwickelt, ohne schädliches Zerspringen ertragen würden.

Beispiel

Eine für die Gewinnung leichter Kohlenwasserstoffe aus den Restgasen der Kohlenwasserstoffsynthese aus CO und H₂ nach Fischer-Tropsch längere Zeit benutzte Ak-

tivkohle wurde, nachdem sie einen erheblichen Teil ihrer Anfangsaktivität durch die Aufnahme von nicht mehr mit Wasserdampf bei üblichen Bedingungen, d.h. etwa 125 bis 130°C, austreibbaren Stoffen verloren hatte, bei einem Wassergehalt von etwa 3 bis 5% in einen turnartigen Schacht von 6 m Höhe und etwa 1 m Ø eingefüllt. Die Kohle ruht auf einem Siebboden. Der Schacht ist allseits isoliert und oben mit einer Zuführung für überhitzten Wasserdampf und einer Einrichtung zum Bedüsen mit Wasser sowie mit einer Zuführung von Schutzgas versehen. Unterhalb des Siebes, auf dem die Kohle ruht, ist ein seitlicher Abgang für das austretende Gemisch von Wasserdampf und Paraffin- bzw. Öldampf, der über Kondensatoren auf einen Abscheider führt, in welchem sich das Paraffin vom Wasser trennt. Der Abscheider hat eine Entlüftung für etwa austretende Gase. Die Säule enthält unten eine Abfüllvorrichtung für die Kohle. Ein Extraktionsschacht enthält etwa 2,2 t trockene Aktivkohle.

Nach dem Einsetzen wird die Kohle von oben nach unten zunächst mit etwa 1,5 t/h Dampf von 125 bis 130° bespült. Danach wird der Dampf mittels eines Rekuperators auf 400 bis 430° überhitzt. Nach etwa 18 Stunden, gerechnet vom Beginn des Aufheizens auf 400 bis 430° an, wird die Dampfbeaufschlagung auf 1,25 t/h zurückgenommen und die Temperatur um etwa weitere 20° erhöht. Die Beaufschlagung mit diesem Dampf dauert 8 Stunden.

Danach wird der Dampf abgestellt und die Kohle von oben her mittels Düsen mit Wasser berieselt, bis die Kohle auf etwa 60 bis 80° abgekühlt ist. Sie fällt mit einer Feuchtigkeit von rund 60 bis 100%, bezogen auf trockene Kohle, an und weist eine Aktivität von etwa 90 bis 95% der ursprünglichen auf.

PATENTANSPRÜCHE:

1. Verfahren zum Wiederbeleben verbrauchter, stückiger Adsorptionsmittel, z.B. von Aktivkohle, die zum Entfernen von leichten Kohlenwasserstoffen aus Restgasen der Kohlenwasserstoffsynthese aus Kohlenoxyd und Wasserstoff nach Fischer-Tropsch gedient haben und auf übliche Weise nicht mehr vollständig mit Wasserdampf regenerierbar sind, dadurch gekennzeichnet, daß das verbrauchte Adsorptionsmittel mit auf etwa 300 bis 500° erhitztem Wasserdampf behandelt und nach dem Ausdämpfen durch Berieseln mit kaltem Wasser schnell abgekühlt wird.

2. Verfahren nach Anspruch 1, dadurch gekennzeichnet, daß dem Wasserdampf

gegen Ende des Ausdampfens kleine Luftmengen von etwa 2 bis 3% zugemischt werden.

- 5 Zur Abgrenzung des Anmeldegegenstandes vom Stand der Technik sind im Er-

teilungsverfahren folgende Druckschriften in Betracht gezogen worden:

deutsche Patentschriften Nr. 297 345,
486 950, 554 763, 583 240;
USA-Patentschriften Nr. 1 440 195,
1 744 429, 1 843 616, 1 993 345.

10