



wird. Bei Berührung mit der Luft glüht er dann leicht auf und wird dabei sehr weitgehend oxydiert. Will man ihn nun im Sauerstoffstrom schmelzen, so zeigt sich, dass der Gehalt an freiem Metall zu gering geworden ist, um die für das Durchschmelzen der Masse erforderliche Wärme aufzubringen.

Es wurde nun gefunden, dass man bei der Aufbereitung von gebrauchten Eisenschmelzkatalysatoren durch Schmelzen im Sauerstoffstrom diese Nachteile vermeiden kann, wenn man den Katalysator mit einem nur geringe Sauerstoffmengen enthaltenden oder einem anderen schwach oxydierend wirkenden Gas, z.B. Kohlendioxyd, vorzugsweise bei niedriger Temperatur so lange behandelt, bis er, an die Luft gebracht, sich nicht mehr entzündet, und ihn dann im Sauerstoffstrom schmilzt. Mit der Behandlung mit dem geringe Mengen Sauerstoff enthaltenden oder schwach oxydierenden Gas kann die Entfernung von Umsetzungsprodukten, die in dem Katalysator noch vorhanden sind, einhergehen. Man kann diese Produkte aber auch vorher, z.B. durch Behandlung des Katalysators mit einem Lösungsmittel oder mit Wasserstoff bei erhöhter Temperatur, z.B. bei der Umsetzungstemperatur oder noch etwas höher, entfernen. Zum Schmelzen im Sauerstoffstrom verwendet man zweckmässig ein mindestens 80 %, vorteilhaft etwa 95 %, Sauerstoff enthaltendes Gas.

Es wurde zwar schon vorgeschlagen, pyrophore Katalysatoren mit verdünntem Sauerstoff zu behandeln, damit sie an der Luft nicht zum Verglimmen kommen. Hierbei kam es jedoch nur darauf an, die Katalysatoren in einen für den Transport geeigneten Zustand zu bringen, worauf sie nach einer Reduktion für die beabsichtigte Umsetzung verwendet werden konnten. Hieraus liess sich aber nicht ableiten, dass man bei der beschriebenen Behandlung den Metallgehalt des Kata-

lysators so weit erhalten kann, dass noch ein Verschmelzen im Sauerstoffstrom zu einer homogenen Masse möglich ist, die nach der Reduktion praktisch die gleiche Wirksamkeit wie der ursprüngliche Katalysator besitzt.

Für die Behandlung des Katalysators nach der Erfindung verwendet man zweckmässig Stickstoff mit einem so geringen Gehalt an Sauerstoff, dass sich der Katalysator beim Darüberleiten des Gases nicht merklich erwärmt (im allgemeinen kommen hierfür Sauerstoffgehalte von 0,1 bis 5 %, vorteilhaft von 0,5 bis 1 %, in Betracht) oder auch andere Gase, wie sauerstoffarme und schwefelarme Rauchgase. Man kann das Gas hierauf abblasen oder auch im Kreislauf führen und mit geringen Mengen Luft oder Sauerstoff in dem Masse versetzen, wie Sauerstoff verbraucht wird. Man kann die Behandlung mit diesen Gasen bei gewöhnlicher oder erhöhter Temperatur, z.B. bei 40°, 60° oder höheren Temperaturen, ausführen. Anstelle von sauerstoffhaltigen Gasen kann man auch Kohlendioxyd bei höherer Temperatur, z.B. 150°, verwenden, wobei man die gleiche Wirkung erzielt. Auch Mischungen von Stickstoff und Kohlendioxyd, gegebenenfalls zusammen mit Sauerstoff, sind für die Behandlung geeignet.

Die Behandlung kann auch zur Herstellung von Katalysatoren für die Ammoniaksynthese aus bei dieser Umsetzung verbrauchten Katalysatoren angewandt werden, falls ein Katalysator mit verhältnismässig kleiner Korngrösse von z.B. 1 bis 3 mm verwendet wird.

#### Beispiel.

3 Liter eines Eisenschmelzkatalysators (Korngrösse 2 bis 3 mm), der durch Schmelzen von Carbonyleisen mit Zusätzen von Tonerde im Sauerstoffstrom, Zerkleinern und anschliessender Reduktion hergestellt und während einer Betriebsdauer von 100 Tagen für eine bei 195 bis 200° und unter einem Druck von 25 at durchgeführte Synthese

von mehrgliedrigen Kohlenwasserstoffen neben flüssigen und festen sauerstoffhaltigen Produkten aus Kohlenoxyd und Wasserstoff verwendet worden war, wird zur Entfernung von aufgesaugtem Syntheseprodukt 48 Stunden lang bei 220° unter gewöhnlichem Druck mit Wasserstoff behandelt. Man lässt darauf im Wasserstoffstrom erkalten und leitet innerhalb 4 bis 5 Stunden 3000 Liter technischen Stickstoff mit einem Sauerstoffgehalt von 0,5 % darüber.

Beim Herausnehmen des Katalysators aus dem Umsetzungsgefäß zeigt sich, dass er seine pyrophoren Eigenschaften verloren hat und sich an der Luft nicht mehr erwärmt. Im Sauerstoffstrom kann er ebenso wie das als Ausgangsstoff verwendete Carbonyleisen gezündet und zu einer homogenen Schmelze gebracht werden. Ein hieraus durch Zerkleinern und Reduktion hergestellter Katalysator zeigt dieselbe Wirksamkeit wie der ursprüngliche.

Lässt man dagegen zum Vergleich bei einem in gleicher Weise hergestellten und für die gleiche Umsetzung unter den gleichen Bedingungen verwendeten Katalysator die Behandlung mit verdünntem Sauerstoff fort, so oxydiert sich an der Luft ein so grosser Teil des Katalysators, dass er nicht mehr im Sauerstoffstrom gezündet werden kann. Auch bei Zusatz von 20 % eines frisch reduzierten Katalysators reicht die Reaktionswärme nicht aus, die Masse zur homogenen Schmelze zu bringen.

#### Patentanspruch.

Verfahren zur Aufbereitung von gebrauchten, sogenannten Eisenschmelzkatalysatoren, dadurch gekennzeichnet, dass man diese, gegebenenfalls nach Entfernung der in ihnen enthaltenen Umsetzungsprodukte durch Behandlung mit einem Lösungsmittel oder bei erhöhter Temperatur mit Wasserstoff, mit einer nur geringen Menge Sauerstoff enthaltenden oder anderen schwach oxydierenden Gas so lange behandelt, bis sie sich an der Luft nicht mehr erwärmen, und dann im Sauerstoffstrom schmilzt.