

390001109

I. G. FARBENINDUSTRIE AKTIENGESELLSCHAFT

Unser Zeichen: O.Z. 13723.

Ludwigshafen a/Rh., 15. Oktober 1942

Rh/Sp.

*Ar. Dr. Flögel } Kopie 2/13
" Prunde }*

Verfahren zum Wiederbeleben von Katalysatoren.

Bei der katalytischen Umsetzung organischer Stoffe, insbesondere von Kohlenwasserstoffen, scheiden sich oft koksartige Massen auf dem Katalysator ab und machen es notwendig, diesen durch Abbrennen der abgelagerten Stoffe unter Zuführung sauerstoffhaltiger Gase wiederzubeleben. Die dabei freiwerdende Hitze schädigt jedoch den Katalysator oft beträchtlich. Um dies zu verhindern, hat man schon vorgeschlagen, entweder Wiederbelebungs-gase mit sehr geringem Sauerstoffgehalt anzuwenden und so die auftretende Wärme durch inerte Gase abzuführen, oder den Katalysator während der Wiederbelebungsmit sauerstoffhaltigen Gasen mittels besonderer Kühlmedien vor schädlicher Überhitzung zu schützen. Das erstgenannte Verfahren hat den Nachteil, dass sehr grosse Gasmengen durch den Wiederbelebungsraum bewegt werden müssen und die Verbrennung des abgeschiedenen Kokes nur sehr langsam erfolgt oder bei grösserer Gasgeschwindigkeit erheblich mehr Energie erfordert. Für das zweite Verfahren, die Kühlung des Katalysators, sind umständliche und kostspielige Einrichtungen notwendig.

Es wurde nun gefunden, dass man eine schädliche Überhitzung des Katalysators beim Wiederbeleben mit sauerstoffhaltigen Gasen, z.B. Luft, vermeiden kann, wenn man dafür sorgt, dass zu Beginn der

Wiederbelebung die Temperatur des Katalysators niedriger, die Temperatur der sauerstoffhaltigen Gase höher ist als die Entzündungstemperatur der abgelagerten Stoffe.

Man hält beide Temperaturen in den angegebenen Temperaturgebieten nur so hoch, dass die Verbrennung des Kokes aufrechterhalten bleibt. Durch Vorversuche kann leicht die für jeden einzelnen Fall vorteilhafteste Temperatur, die unter anderem von der Wärmeleitfähigkeit des Katalysators sowie von der Menge und Zusammensetzung des Wiederbelebungsgases abhängig ist, ermittelt werden.

Liegt die Entzündungstemperatur der abzubrennenden Stoffe sehr hoch, so kann es notwendig sein, die Temperaturen in dem beanspruchten Temperaturgebiet für kurze Zeit etwas zu erhöhen und erst nach Einsetzen der Verbrennung auf die als günstigst ermittelte Temperatur zurückzugehen. Auch durch Fremdzündung kann gegebenenfalls die Verbrennung eingeleitet werden.

Bei dieser Arbeitsweise wird ein Teil der durch Verbrennen der auf dem Katalysator abgelagerten koksartigen Stoffe entstehende Wärme von dem Katalysator aufgenommen, und zwar teilweise unmittelbar nach Beginn der Wiederbelebung, also in dem Zeitpunkt, in dem sich die Temperatur in der Regel besonders schwierig beherrschen lässt. Da der Katalysator erfindungsgemäss eine verhältnismässig tiefe Temperatur hat, so wird er auch bei Verwendung reiner oder nur wenig verdünnter Luft nicht so stark erhitzt, dass er geschädigt würde. Es ist also nicht notwendig, dem Wiederbelebungsgas, wie im bekannten Fall, grosse Mengen inertes Gas beizumischen.

Im allgemeinen verwendet man das 3- bis 12-fache der zur Verbrennung der abgelagerten Stoffe theoretisch erforderlichen Luftmenge. Sie ist unter Berücksichtigung der Verbrenn-

O.Z. 13723.

lichkeit des Kokes und der Anfangstemperaturen des sauerstoffhaltigen Gases und des Katalysators so zu bemessen, dass der Katalysator auch an der Austrittsstelle aus dem Wiederbelebungsraum eine Temperatur hat, bei der Schädigungen noch nicht eintreten.

Statt reiner Luft lassen sich als Wiederbelebungs-gase auch sauerstoffhaltige Gasgemische, die z.B. noch Wasserdampf, Kohlendioxyd oder Stickstoff enthalten, verwenden. Der Sauerstoffgehalt dieser Gemische kann aber in allen Fällen höher liegen als bei den bekannten Verfahren, da durch die erfindungsgemässe Temperaturregelung die Gefahr einer Überhitzung des Katalysators durch die bei Zuführen sauerstoffreicher Gase auftretende Wärme beseitigt ist.

Die günstigste Korngrösse der zu behandelnden Katalysatoren richtet sich nach ihrer Wärmeleitfähigkeit. So ist es vorteilhaft, bei hoher Leitfähigkeit eine Korngrösse von nicht weniger als etwa 6 bis 8 mm, bei geringer Wärmeleitfähigkeit eine solche von mindestens 2 bis 3 mm anzuwenden.

Das Wiederbeleben des Katalysators kann diskontinuierlich oder kontinuierlich durchgeführt werden. Die Wiederbelebungs-gase können gegebenenfalls umgewälzt werden, im allgemeinen führt man sie jedoch nur einmal durch den Katalysator.

Da die koksartigen Ablagerungsprodukte bei der Wiederbeleb-ung des Katalysators zwar anfangs verhältnismässig leicht verbrennen, später jedoch schärfere Bedingungen notwendig machen, ist es vor-teilhaft, das Wiederbelebungs-gas, z.B. Luft, im Gleichstrom mit dem Katalysator durch den Wiederbelebungsraum zu führen. Dadurch wird erreicht, dass der wiederzubelebende Katalysator zunächst mit den weniger stark erhitzten sauerstoffhaltigen Gasen, später, wenn die leichter verbrennlichen Stoffe entfernt sind, mit den infolge des Verbrennungsvorganges höher erhitzten Gasen in Berührung kommt.

O.Z.13723.

Abbildung 1 zeigt, wie die Wiederbelebungs-gase und der Katalysator beispielsweise durch den Wiederbelebungsraum geführt werden können.

In den Schachtofen 1 treten bei 2 der Katalysator, bei 4 die Wiederbelebungs-gase ein. Diese werden bei 5 abgezogen, während der Katalysator bei 3 den Schachtofen verlässt. Beträgt die Entzündungstemperatur der koksartigen Ablagerungen auf dem Katalysator etwa 300° , so führt man den Katalysator mit etwa 250° , die sauerstoffhaltigen Gase, z.B. Luft, mit 400 bis 450° in den Schachtofen ein. Durch geeignete Vorrichtungen wird dafür gesorgt, dass sich die Luft gleichmässig über den ganzen Katalysator verteilt. Durch die Verbrennung der koksartigen Ablagerungen erwärmen sich die sauerstoffhaltigen Gase und der Katalysator und erreichen an den Austrittsstellen 5 bzw. 3 eine Temperatur von etwa 570° , die unter der Temperatur (etwa 600°) liegt, bei der eine Schädigung des Katalysators beginnt. Ein Überschreiten dieser Temperatur wird durch entsprechende Bemessung der zugeführten Luftmenge vermieden. Wie sich die notwendige Luftmenge errechnen lässt, ergibt sich aus folgendem Beispiel:

Wiederzubelebende Katalysatormenge:	500 kg Katalysator/h
Abzubrennende Koksmenge:	10 kg Koks/h
Verbrennungswärme des Kokses:	$Q_{\text{Koks}} = 10 \cdot 8000 = 80\ 000 \text{ kcal/h}$
Wärmemenge, die der Katalysator aufnimmt:	$Q_{\text{Katalysator}} = 500 \cdot 0,2 \cdot (570 - 250) = 32\ 000 \text{ kcal/h}$
Wärmemenge, die das Wiederbelebungs-gas aufnehmen muss:	$Q_{\text{Gas}} = 80\ 000 - 32\ 000 = 48\ 000 \text{ kcal/h}$
Erforderliche Gasmenge, um obige Wärme abzuführen:	$\frac{Q_{\text{Gas}}}{c_p \cdot \Delta t} = \frac{48\ 000}{0,32 \cdot (570 - 420)} = \frac{48\ 000}{0,32 \cdot 150} = 1000 \text{ Nm}^3/\text{h.}$

Die errechnete Menge von 1000 cbm Luft je Stunde ist etwa das 10-fache der theoretisch zur Verbrennung von 10 kg Koks notwendigen Menge

O.Z. 13723

Ist sehr viel Koks auf dem Katalysator abgelagert und liegt die Entzündungstemperatur des Kokses sehr nahe der Temperatur, bei der eine Schädigung des Katalysators einsetzt, so kann man die auftretende Wärme auch noch durch mittelbare Kühlung abführen. Da es sich dabei jedoch nur um einen Teil der nicht vom Katalysator aufgenommenen Wärmemenge handelt, kommt man mit sehr einfachen Kühlvorrichtungen aus. Rippenrohre und andere kostspielige Vorrichtungen, wie sie in den bekannten Fällen benutzt werden, sind nicht erforderlich; es genügt vielmehr, die Katalysatoren durch Rohre zu führen und diese von einem Kühlmedium umspülen zu lassen.

Eine beispielsweise Vorrichtung zur Durchführung dieser Arbeitsweise zeigt die Abbildung 2.

Durch den Kompressor oder das Gebläse K wird Luft nach Vorwärmung in dem Wärmeaustauscher W in den Schachtofen 1 eingeführt. In diesem umspült die Luft mit Katalysator gefüllte Rohre, die einen Durchmesser von etwa 25 bis 150 mm haben können, in denen die Wiederbelebung stattfindet. Sie erwärmt sich dabei und verlässt den Schachtofen mit einer über der Entzündungstemperatur des auf dem Katalysator abgelagerten Kokses liegenden Temperatur. Bei 4 tritt sie durch eine Verteilungseinrichtung in den Katalysator ein und durchwandert in der gleichen Richtung wie dieser die Rohre. Die die Rohre umspülende Luft führt soviel der bei der Verbrennung des Kokses entstehenden Wärme ab, dass sich der Katalysator nicht über die zulässige Grenze erhitzt. Zur Regelung der zum Kühlen verwendeten Luftmenge dient das Ventil 8; je weniger es geöffnet ist, umso mehr Kühlluft geht durch den Schachtofen und umso stärker ist also die Kühlung der Katalysatorrohre.

Der Raum, in dem die Wiederbelebung des Katalysators stattfindet, ist in drei Zonen unterteilt. In Zone I werden der durch 2 zugeführte frische Katalysator und die durch 4 zugeführte vorgewärm-

te Luft durch Wärmeaustausch mit den bei 5 aus dem heissesten Teil des Schachtofens abgezogenen Verbrennungsgasen auf die gewünschte unter bzw. über der Entzündungstemperatur des Kokes liegende Temperatur erhitzt. Durch Regelung der Mengen der zugeführten Verbrennungsgase mit Hilfe des Ventils 7 wird dafür gesorgt, dass beim Durchwandern dieser verhältnismässig kleinen Zone die Temperatur des Katalysators unter der Entzündungstemperatur des Kokes bleibt.

In Zone II findet die Verbrennung der Hauptmenge des Kokes statt, der Rest, falls überhaupt noch einer vorhanden ist, wird in Zone III verbrannt, in die der Katalysator aus den Röhren der Zone II austritt. Eine Abführung von Verbrennungswärme durch indirekte Kühlung findet hierbei nicht mehr statt, sodass eine erhöhte Temperatur, die zum Verbrennen auch der letzten Koksreste genügt, erreicht wird. Selbstverständlich darf diese Temperatur nicht so hoch liegen, dass der Katalysator dadurch geschädigt wird, was durch die erwähnte Temperaturregelung in den Zonen I und II ohne weiteres erreicht werden kann. Durch 3 wird der regenerierte Katalysator abgezogen.

Patentansprüche:

- 1.) Verfahren zum Wiederbeleben von Katalysatoren, die durch brennbare koksartige Ablagerungen verunreinigt sind, durch Erhitzen in Gegenwart sauerstoffhaltiger Gase, dadurch gekennzeichnet, dass zu Beginn der Wiederbelebungs- die Temperatur des Katalysators tiefer, die Temperatur der sauerstoffhaltigen Gase höher als die Entzündungstemperatur der koksartigen Ablagerungen gehalten wird.
- 2.) Verfahren nach Anspruch 1, dadurch gekennzeichnet, dass der Katalysator im Gleichstrom mit dem sauerstoffhaltigen Gas durch den Wiederbelebungsraum geführt wird.

O.Z. 13723.

- 7 -

3.) Verfahren nach Ansprüchen 1 und 2, dadurch gekennzeichnet, dass der wiederzubelebende Katalysator durch Rohre geleitet wird, die im ersten Teil von Heizgasen, im zweiten Teil von Kühlgasen umspült werden.

4.) Verfahren nach Ansprüchen 1 bis 3, dadurch gekennzeichnet, dass das sauerstoffhaltige Gas, bevor es zur Wiederbelebung verwendet wird, zur Abführung der Verbrennungswärme die von dem Katalysator durchströmten Rohre, vorteilhaft im Gleichstrom mit dem Katalysator, umspült.

5.) Verfahren nach Ansprüchen 1 bis 4, dadurch gekennzeichnet, dass das aus dem Wiederbelebungsbereich austretende Gas zum Aufheizen des Katalysators oder des frischen sauerstoffhaltigen Gases oder beider verwendet wird.

I.G. FARBENINDUSTRIE AKTIENGESELLSCHAFT

*gez. Holdermann ppa. Kleber*Anlage:2 Bl. Zeichnungen.

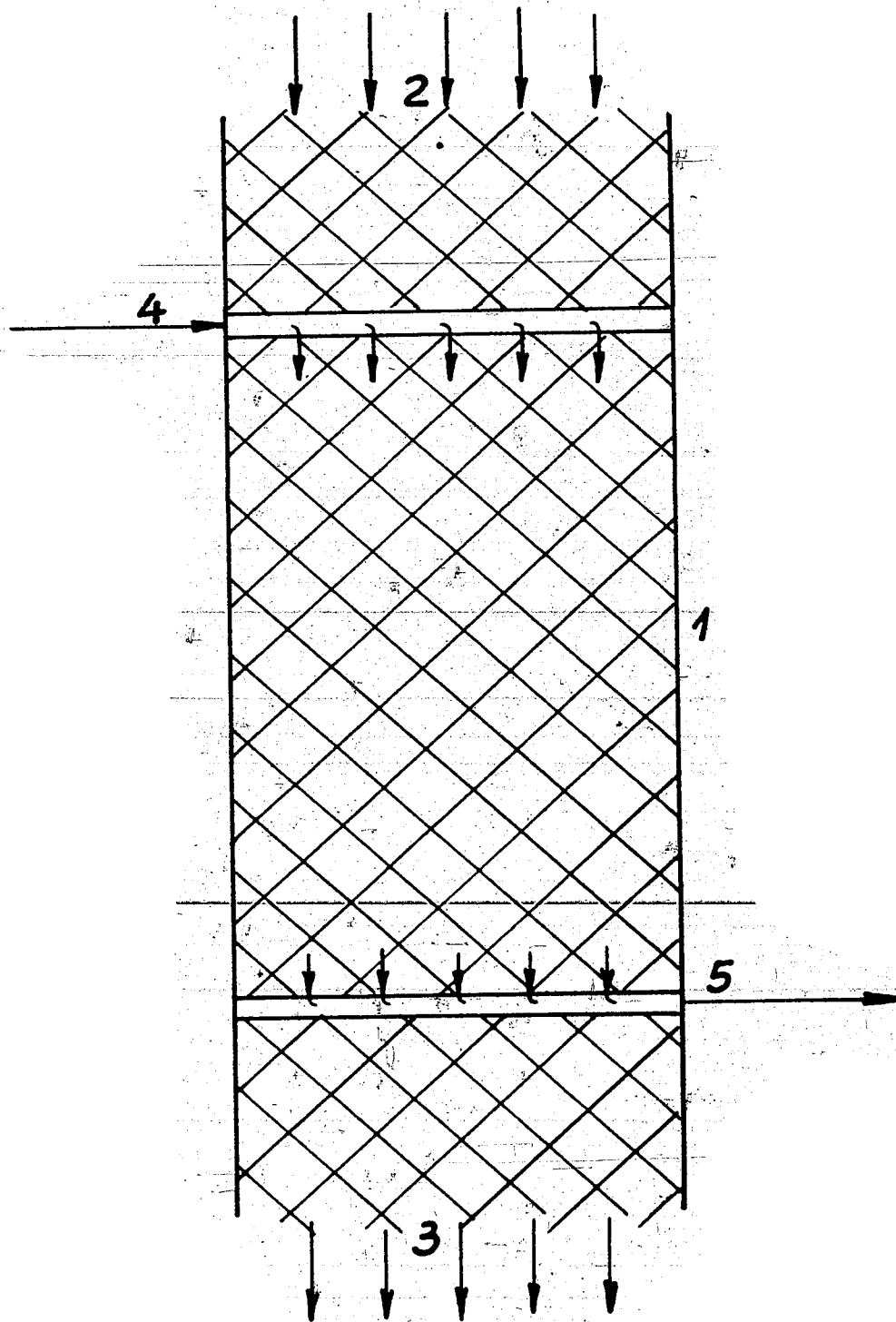


Abb. 1

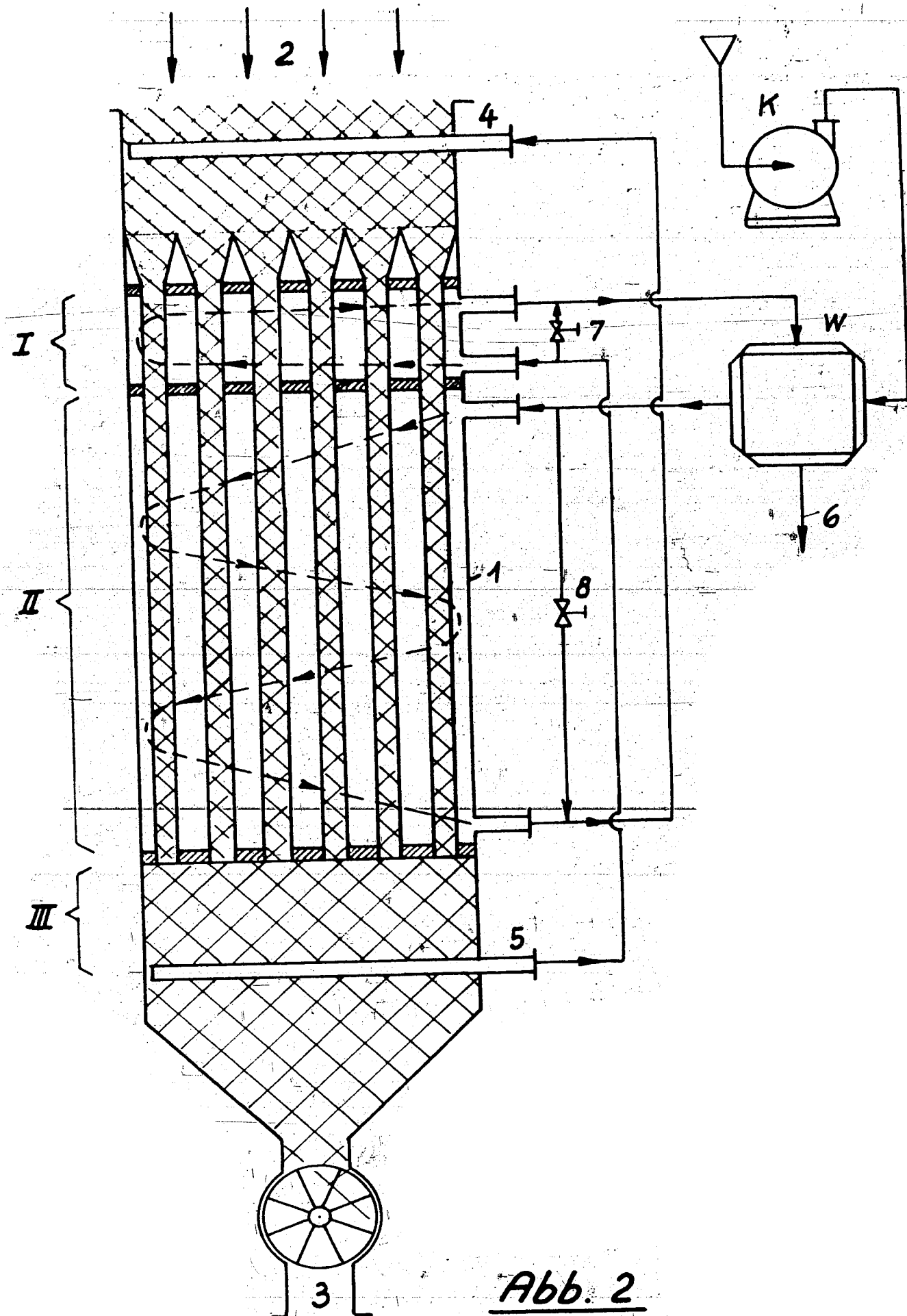


Abb. 2