

3. Feb. 1943

410
00001197

Metsburg

I. G. FARBENINDUSTRIE AKTIENGESELLSCHAFT

Unser Zeichen: O.Z. 13965.

Ludwigshafen/Rh., den 29. Januar 1943.

Dr. H. Havel } Rh/K.
" Bunde } *Thyris*
Wachmann
Gachmann
Schmitt

Verfahren zur katalytischen Umsetzung flüssiger Stoffe.

Bei katalytischen Umsetzungen in flüssiger Phase mit feinverteilten Katalysatoren besteht vielfach ein Interesse daran, den Katalysator, gegebenenfalls nach erfolgter Wiederbelebung, erneut zur Verarbeitung frischen Ausgangsstoffs zu verwenden. Dabei zeigt sich, dass bei mehrmaliger Benutzung des Katalysators vielfach mechanische Störungen, insbesondere an den Filter- oder Zentrifugiervorrichtungen, die zum Abtrennen des Katalysators dienen, auftreten. Die Leistung dieser Vorrichtungen geht oft schon nach einigen Tagen auf einen Bruchteil der ursprünglichen zurück.

Es wurde nun gefunden, dass man diese Störungen vermeiden kann, wenn man aus dem Gemisch von Umsetzungsprodukten und Katalysator oder aus einem Teil davon laufend oder zeitweise die feinsten Katalysatorteilchen, die während der Benutzung durch Abrieb entstanden sind, entfernt.

Zu diesem Zweck kann man entweder einen Absitzbehälter einschalten, in dem sich die gröberen Katalysatorteilchen unten absetzen, während die feineren in der darüber stehenden

Flüssigkeit verbleiben, oder eine Zentrifuge verwenden, wobei deren Laufzeit und die Aufenthaltszeit des zu zerlegenden Gemisches in ihr so eingestellt werden, dass die feinen Katalysatorpartikel in der Flüssigkeit aufgeschlämmt bleiben, während die gröberen als dicker Brei austreten oder sich an der Zentrifugenwand abscheiden.

Mit besonderem Vorteil bedient man sich zur Abtrennung der feinsten Katalysatorpartikel einer Schälzentrifuge, aus der während des Betriebs die innere Flüssigkeitsschicht, die diese feinsten Partikel enthält, mit Hilfe eines Schälrohres abgezogen wird, worauf die nur aus gröberen Katalysatorpartikeln bestehende äussere Schicht unmittelbar mit frischem Ausgangsstoff vermischt wird. Zu diesem Zweck verwendet man mit Vorteil eine Vorrichtung, wie sie in dem DRP (Anmeldung I, O.Z.13955) beschrieben ist.

Es ist nicht notwendig, stets aus dem gesamten katalysatorhaltigen Umsetzungsprodukt die groben Katalysatorpartikel frei von den feinen Partikeln abzutrennen. In vielen Fällen genügt es, nur einen Teil des Produktes in dieser Weise zu zerlegen und so nur einen Teil der feinen Katalysatorpartikel aus dem Verfahren auszuscheiden. Man kann auch aus dem Reaktionsprodukt oder einem Teil davon den gesamten Katalysator in üblicher Weise durch Filtrieren abtrennen und ihn ohne Zerlegung mit frischem Ausgangsstoff mischen und nur von Zeit zu Zeit die groben Katalysatorpartikel frei von den feinen abscheiden und ins Reaktionsgefäss zurückführen. Wieviel feine Katalysatorpartikel aus dem Verfahren auszuscheiden sind, d.h. wieviel Umsetzungsprodukt dieser Zerlegung zu unterziehen oder wie oft diese durchzuführen ist, hängt von dem Ausmass des

Abriebs, von der Beschaffenheit der verwendeten Filter und von der Art der durchgeführten Umsetzung ab. Macht diese z.B. den Katalysator rasch unwirksam, so dass er oft erneuert werden muss, so empfiehlt es sich, laufend eine grössere Menge der feinen Teilchen auszuscheiden.

Die Abtrennung der feinen Katalysatorteilchen aus der von gröberem Katalysator befreiten Flüssigkeit kann durch Filtrieren oder Zentrifugieren, zweckmässig unter Zusatz von grossoberflächigen Stoffen, wie Kieselgur, Bleicherde oder aktiver Kohle, vorgenommen werden. Die feinen Katalysatorteilchen können in üblicher Weise wiederbelebt werden.

Beispiel.

An flüssige Olefine, in denen Kieselgur, auf das 33 % Kobalt, 2 % Magnesiumoxyd und 2 % Thoriumoxyd aufgebracht wurden, aufgeschlämmt ist, wird bei erhöhter Temperatur und erhöhtem Druck Kohlenoxyd und Wasserstoff angelagert, worauf das Gemisch hydriert wird. Zur Entfernung des Katalysators werden 3/4 des Umsetzungsproduktes über ein keramisches Filter geschickt, während 1/4 in einer Schälzentrifuge in einem die gröbereren Katalysatorteilchen enthaltenden Schlamm und in eine flüssige Schicht, in der die feinsten Teilchen aufgeschlämmt sind, zerlegt wird.

Die Schicht mit den gröbereren Katalysatorteilchen wird in der Zentrifugentrommel unter Zusatz der beim Filtrieren gewonnenen Katalysatormasse mit frischem Ausgangsstoff aufgeschlämmt und in die Reaktionsvorrichtung zurückgeführt. Die feinsten Katalysatorteilchen werden aus der flüssigen Schicht mit Hilfe einer Hochleistungszentrifuge abgetrennt und einer Wiederbelebungsanlage zugeführt.

Im Verlauf von 4 Betriebstagen wird der Katalysator 15mal im Kreislauf geführt. Dabei werden 6 % des Katalysators als feinsten Schlamm entfernt und durch neuen Katalysator ersetzt. Die Filterleistung geht von 600 Liter nur auf etwa 500 Liter je qm Filterfläche und Stunde zurück.

Unterlässt man dagegen das Abziehen eines Viertels des flüssigen Umsetzungsproduktes und filtriert stets die gesamte Menge in der üblichen Weise, so geht die Filterleistung nach 4 Tagen auf weniger als 100 Liter je qm Filterfläche und Stunde zurück.

Patentanspruch.

Verfahren zur Umsetzung von Flüssigkeiten in Gegenwart fein verteilter fester Katalysatoren unter Rückführung des aus dem Umsetzungsprodukt abgetrennten Katalysators in das Reaktionsgefäß, dadurch gekennzeichnet, dass man aus dem flüssigen Umsetzungsprodukt oder aus einem Teil davon laufend oder zeitweise die feinsten Katalysatorteilchen ausscheidet und nur die gröberen Teile ins Reaktionsgefäß zurückführt.