

Mz me. H<sub>2</sub>

# I. G. FARBENINDUSTRIE AKTIENGESELLSCHAFT

40  
00001211

Unser Zeichen: O.Z. 14831.

Ludwigshafen/Rh., den 28. Juni 1944.

Vorläufig geheim

## Verfahren zur Durchführung katalytischer Umsetzungen.

Es ist bekannt, bei katalytischen Umsetzungen, z.B. beim Dehydrieren, Spalten oder Aromatisieren von Kohlenwasserstoffen, den Katalysator im Kreislauf abwechselnd durch den Umsetzungsraum und durch eine Regenerieranlage zu bewegen. Der Katalysator lässt sich so verhältnismässig lange verwenden, geht aber schliesslich doch, teils durch chemische Veränderung, teils durch mechanische Abnutzung, z.B. durch Abrieb, in einen Zustand über, in dem er für die Umsetzung durch Regeneration nicht mehr brauchbar gemacht werden kann und daher durch frischen ersetzt werden muss. Das Auswechseln des unbrauchbar gewordenen Katalysators machte aber bisher beim kontinuierlichen Betrieb erhebliche Schwierigkeiten; entweder wurde beim Abziehen des Katalysators aus dem Kreislauf auch chemisch noch brauchbarer Katalysator mit entfernt oder aber es verblieben, wenn die mechanische Haltbarkeit des Katalysators grösser war als seine katalytische Lebensdauer, chemisch unwirksam gewordene grobe Teile des Katalysators im Reaktionsraum zurück.

Es wurde nun gefunden, dass die Entfernung des ganz oder bis zu einem beabsichtigten Maass verbrauchten Katalysators aus dem Umsetzungsraum in einfachster Weise möglich ist, wenn man unter Berücksichtigung der Festigkeit des Katalysators dessen Umlaufgeschwindigkeit so einstellt und solche mechanischen Vorrichtungen zum Durchschleusen benutzt, dass der Katalysator dann, wenn er ganz oder bis zu dem beabsichtigten Maass verbraucht ist, durch Abrieb u.dgl. so weit mechanisch zerkleinert ist, dass er mit Hilfe der für die Ausbringung pulverförmiger Stoffe üblichen Mittel, z.B. Siebvorrichtungen, Staubsaugern oder Windsichtern, entfernt werden kann.

Ist z.B. ein Katalysator mechanisch sehr fest, sein Abrieb beim Durchschleusen durch die Vorrichtung also verhältnismässig gering, so wird er mit hoher Geschwindigkeit durchgeschleust. Bei

990001212  
78

14831

- 2 -

geringerer mechanischer Festigkeit wird die Geschwindigkeit entsprechend herabgesetzt.

Die Festigkeit des Katalysators, die für das Maß des Abriebs von grosser Bedeutung ist, lässt sich durch bestimmte Massnahmen bei der Herstellung in weiten Grenzen einstellen. So nimmt sie z.B. bei tonerdehaltigen Katalysatoren mit steigendem Gehalt an Kaolin oder Bleicherde zu. Auch durch Peptisieren der Katalysatormasse mit geringen Mengen von Salpetersäure in der Wärme lässt sich die Festigkeit erhöhen. Einen besonders hohen Wert erreicht sie bei Verwendung von 1,5 % der Salpetersäuremenge, die zur Auflösung des gesamten Aluminiumoxyds genügt.

Ein anderer Weg zur Erhöhung der Festigkeit eines Tonerdekatalysators besteht darin, dass man nicht gealterter, quellfähiger Tonerde erhitzte, nicht mehr quellfähige Tonerde zusetzt, wogegen bei hohem Gehalt an quellfähiger Tonerde glasige, spröde Katalysatoren von nur geringer Haltbarkeit entstehen.

Auch die Mahlfeinheit der zu verformenden Katalysatormasse ist von grosser Bedeutung für die Festigkeit des Katalysators. Mit zunehmender Mahlfeinheit steigt die Festigkeit zunächst an, bei sehr hoher Feinheit nimmt sie jedoch wieder ab. Eine besonders hohe Festigkeit wird erzielt, wenn von der Katalysatormasse etwa 40 % durch das 16 900-Maschen-Sieb, 50 % durch das 10 000-Maschen-Sieb und 10 % durch das 4900-Maschen-Sieb gehen.

Von den angegebenen Mitteln zur Einstellung der Festigkeit des Katalysators können selbstverständlich auch mehrere gleichzeitig angewandt werden.

#### Beispiel.

Durch einen Röhrenofen mit einem beheizten Katalysatorraum von 1,6 cbm Inhalt, in dem n-Butan bei 500 bis 550° zu Butylen dehydriert werden soll, wird ein chromoxydhaltiger Tonerdehydratkatalysator bewegt. Der unten austretende Katalysator wird mittels eines Becherwerkes einem Regenerierofen zugeführt, den er ebenfalls von oben nach unten durchläuft, wobei er mit sauerstoffhaltigen Verbrennungsgasen bei 400 bis 500° zur Entfernung von abgelagertem Kohlenstoff behandelt wird.

Durch Vorversuche war festgestellt worden, dass bei einer Drehzahl der Schleusmotoren des Dehydrier- und Regenerierofens von

700 Umdrehungen je Minute der Abrieb des Katalysators je Monat 2,0 cbm, d.h. die mechanische Lebensdauer einer Ofenfüllung von 1,6 cbm 575 Stunden beträgt. Da nun aber die chemische Lebensdauer, wie weitere Versuche gezeigt haben, bei der durchzuführenden Reaktion nur 400 Stunden beträgt, muss, um eine Überalterung des Katalysators zu verhindern, der Abrieb erhöht werden. Dies geschieht durch Erhöhen der Umlaufgeschwindigkeit des Katalysators, indem die Schleusmotoren am Dehydrier- und Regenerierofen auf 1000 Umdrehungen je Minute eingestellt werden. Durch den schnelleren Umlauf erhöht sich der Katalysatorabrieb je Monat auf 2,9 cbm, d.h. die mechanische Lebensdauer von 1,6 cbm Katalysator sinkt auf 400 Stunden und ist damit der chemischen Lebensdauer angepasst. Der zerriebene Katalysator wird vor Eintritt in den Dehydrier- oder Regenerierofen oder vor beiden über Schüttelsiebe mit auswechselbaren Siebeinsätzen von 2 bis 4 mm Maschenweite geführt. Der dabei entstehende Staub wird durch eine Absaugvorrichtung entfernt.

Dehydriert man bei dieser Führung des Katalysators n-Butan zu n-Butylen, so wird bei einem Durchsatz von 1000 cbm n-Butan je cbm Katalysator und Stunde ein Umsatz von 22 bis 25 % erzielt, wobei 85 % des umgesetzten Butans in Butylen übergehen. Wird dagegen der Katalysator in der bisher üblichen Weise so durchgeschleust, dass er erst nach 575 Stunden soweit zerrieben ist, dass er aus dem Kreislauf austritt, so werden nur 20 % n-Butan umgesetzt und davon nur 78 % zu n-Butylen.

#### Patentanspruch.

Verfahren zur Durchführung katalytischer Umsetzungen unter Verwendung von Katalysatoren, die im Kreislauf abwechselnd durch den Umsetzungsraum und eine Regenerieranlage geschleust werden, wobei die unbrauchbar gewordenen Katalysatoranteile durch frische ersetzt werden, dadurch gekennzeichnet, dass die Umlaufgeschwindigkeit, die Festigkeit und die mechanische Beanspruchung des Katalysators so geregelt werden, dass dieser, wenn er seine Wirksamkeit ganz oder bis zu einem beabsichtigten Maß verloren hat, mechanisch soweit zerkleinert ist, dass er abgetrennt und aus der Vorrichtung entfernt werden kann.