

A II

Verfahren zur Regeneration von Katalysatoren
für die Kohlenoxydhydrierung.

Zusatz zu Anmeldung R. 97-394 IVc/12o.)

Gegenstand der Anmeldung R. 97-394 IVc/12o. ist ein Verfahren der Vorbereitung von gebrauchten Katalysatoren für die Herauslösung der wirksamen Bestandteile zwecks Wiederverwendung der letzteren zur Herstellung neuer Katalysatoren. Hierbei erfolgt zwecks Entparaffinierung eine Behandlung der Katalysatoren mit Wasserstoff bei Temperaturen von 300° und höher. Entsprechend dem der Hauptanmeldung zugrunde liegenden Gedanken wird die Wasserstoffbehandlung abgebrochen, sobald die abgeschiedenen hochmolekularen Produkte abgetrieben sind. Bei dieser Ausführungsweise der Wasserstoffbehandlung gelingt es aber nicht, die Aktivität des Kontakts auch nur annähernd auf die ursprüngliche Höhe zurückzuführen, sodass anschließend zur Gewinnung brauchbarer Katalysatoren eine Herauslösung der wirksamen Bestandteile, Filtration und Neufällung erforderlich ist.

Es wurde nun erkannt, dass durch Fortsetzung der Wasserstoffbehandlung über die Paraffinentfernung hinaus die volle Aktivität des Katalysators wieder hergestellt werden kann, sodass nunmehr die technisch ausserordentlich lästigen Massnahmen der Herstellung neuer Katalysatoren aus den gebrauchten Kontakten fortfallen. Das Verfahren kann beispielsweise derart durchgeführt werden, dass das in einem verbrauchten Katalysator vorhandene Paraffin durch zweistündige Erhitzung mit Wasserstoff bei 350° herausgenommen wird. Sodann wird die Wasserstoffbehandlung zur unmittelbaren Wiederherstellung der vollen Aktivität, und zwar zweckmässig unter Anwendung von Temperaturen von 400° und darüber, durchgeführt. Die Wasserstoffbehandlung wird in

jedem Falle derart angewandt, dass nicht nur die Paraffinkohlenwasserstoffe restlos entfernt werden, sondern dass auch andere inaktivierend wirkende Ablagerungen im Kontakt soweit herausgenommen werden, dass der Kontakt eine Aktivität erhält, die einem frisch hergestellten Kontakt entspricht.

Bei der erfindungsgemässen Durchführung der Wasserstoffbehandlung ist es zweckmässig, die Temperatur nur allmählich zu steigern, um eine Bildung von Krackprodukten und gegebenenfalls Kohlenstoff aus den abgelagerten hochmolekularen Produkten zu verhüten.

Die Verfahrensweise wird durch das nachfolgende Beispiel erläutert.

Beispiel

Ein in üblicher Weise durch Fällung hergestellter Kontakt, der 100 Teile Co, 5 Teile ThO_2 und 8 Teile MgO auf 200 Teile Kieselgur enthält und 3500 Stunden bei Temperaturen von ca. 185° -- 192° gefahren war, wurde zunächst $2\frac{1}{2}$ Stunden bei 200° mit einem Stickstoff-Wasserstoff-Gemisch 25 : 75 behandelt. Innerhalb einer halben Stunde wurde die Temperatur zunächst auf 350° erhöht. Die weitere Wasserstoffbehandlung wurde in der Weise durchgeführt, dass zunächst $\frac{1}{2}$ Stunde auf 350° , eine weitere halbe Stunde auf 400° und schliesslich 2 Stunden auf 450° erhitzt wurde. Der Kontakt wurde bei 185° C wieder in Betrieb genommen, wobei er die gleiche Aktivität wie ursprünglich zeigte.

P a t e n t a n s p r ü c h e .

- 1) Verfahren zur Regeneration von Katalysatoren, die zur katalytischen Umsetzung von Kohlenoxyd-Wasserstoff-Gemischen benutzt worden sind, weitere Ausbildung des Verfahrens nach Patent... (Patentanmeldung R.97 394 IVc/12o), dadurch gekennzeichnet, dass die Wasserstoffbehandlung über die Dauer der Paraffinentfernung hinaus fortgesetzt wird.
- 2) Ausführungsform des Verfahrens nach Anspruch 1, gekennzeichnet durch allmähliches Ansteigenlassen der Temperatur.

RUHRCHEMIE AKTIENGESELLSCHAFT.