

I. G. FARBENINDUSTRIE AKTIENGESELLSCHAFT

J/Ke. 1311 Akt.Z. 7.72360 Wc/120
Einschr. 13.10.42

Krefeld-Uerdingen, den 7.10.1942
BAG - Target

3414 30/4.17
Verfahren zur Wiederbelebung von metallischen Hydrierungs-
katalysatoren.

Es ist bekannt, Chrom, Molybdän oder Wolfram als Oxyd oder Sulfid enthaltende schwefelfeste Hydrierungskatalysatoren dadurch wiederzubeleben, dass man sie mit gebundenen Sauerstoff enthaltenden Gasen behandelt. Ferner ist bekannt, solche Katalysatoren mit Kohlendioxyd und anschliessend mit Sauerstoff oder Luft zu regenerieren. Schliesslich hat man bereits Kontaktsubstanzen, die u.a. Nickel, Kupfer oder Kobalt enthalten, mit Stickstoff-Sauerstoff-Verbindungen, gegebenenfalls im Gemisch mit geringen Mengen von Wasserdampf und/oder Kohlensäure oder mit Wassergas wiederbelebt

Es wurde nun gefunden, dass man eine überraschend weitgehende Wiederbelebung von metallischen Hydrierungskatalysatoren erzielt, wenn man sie bei erhöhter Temperatur zunächst mit Wasserdampf enthaltendem Kohlendioxyd und hierauf mit Wasserstoff behandelt. Das Verfahren ist insbesondere auf Nickel und Kobalt haltige Hydrierungskatalysatoren anwendbar. Es kann gegebenenfalls auch bei erhöhtem Druck durchgeführt werden. Nach vorliegendem Verfahren gelingt es, den Katalysatoren in verhältnismässig kurzer Zeit über 90% ihrer ursprünglichen Wirksamkeit wieder zu verleihen. Die Wiederbelebung kann mehrmals wiederholt werden. Die Behandlung mit Kohlendioxyd, das zweckmässigerweise mit Wasserdampf gesättigt ist, wird bei erhöhten Temperaturen von z.B. 160° bis 250° durchgeführt. Die anschliessende Wasserstoffbehandlung erfolgt in üblicher Weise. Die Wiederbelebung kann direkt im Hydrierungssofen stattfinden. Erforderlichenfalls wird der Katalysator vor der Wiederbelebung, soweit als möglich, z.B. mittels Lösungsmitteln, von Verunreinigungen befreit.

Beispiel 1.

Durch ein Kontaktrohr, das einen Nickel-Aluminium-Chrom-Katalysator enthält, der zur Hydrierung von aromatischen Kohlenwasserstoffen, ferner von Phenol-^{a. a. a.} dienen kann, wird bei 200° während 5 Stunden mit Wasserdampf gesättigtes Kohlendioxyd in langsamem Strom durchgeleitet. Anschliessend wird bei 350° während 3 Stunden mit Wasserstoff in für die Reduktion von Nickelsalzen zu frischen Nickelkatalysatoren üblicher Weise behandelt. Dadurch wird die Aktivität des Kontaktes von 50% auf 83% seiner ursprünglichen Wirksamkeit gebracht.

Beispiel 2.

Über 1140 ccm eines Nickelkontaktes, der zur Hydrierung von ^{Benzol} Phenol dient, wird bei 200-220° mit Wasserdampf gesättigtes Kohlendioxyd mit einer Geschwindigkeit von 0,05 m/sek. während 5 Stunden geleitet. Hierauf wird mit Wasserstoff bei 350° reduziert. Die Aktivität des Kontaktes steigt dadurch von 61% auf 92% der anfänglichen.

Patentanspruch.

Verfahren zur Wiederbelebung von metallischen Hydrierungskatalysatoren durch Behandeln mit gebundenen Sauerstoff enthaltenden Gasen in der Wärme, dadurch gekennzeichnet, dass man über die Katalysatoren zunächst Wasserdampf enthaltendes Kohlendioxyd und hierauf Wasserstoff leitet.