

14. Juli 1942

Meraburg

I. G. FARBENINDUSTRIE AKTIENGESELLSCHAFT



*Dir. Dr. Kowald } Kopie 14/2
- Brande }*

Unser Zeichen: O.Z. 13542

Ludwigshafen a. Rhein, den 9. Juli 1942. Fr/Ve.

Verfahren zur Reduktion staubförmiger Katalysatoren.

Bei der technischen Durchführung von Verfahren mit Hilfe staubförmiger reduzierter Katalysatoren bietet die Herstellung eines gleichmäßig reduzierten und wirksamen Katalysators Schwierigkeiten. Man kann derartige Katalysatoren zwar in fester stückiger Form reduzieren und nach der Reduktion zerkleinern, was vorteilhaft gemeinsam mit der Flüssigkeit, in der der Katalysator allenfalls bei der Durchführung der Umsetzung aufgeschlämmt werden soll, erfolgt, doch leidet die Aktivität des Katalysators bei der Zerkleinerung der fertig reduzierten Stücke merklich. Die Reduktion bereits in Staubform vorliegender Stoffe, beispielsweise in Drehtrommeln oder in Gefäßen mit mechanischen Rührvorrichtungen, bietet konstruktive Schwierigkeiten und führt meist nicht zu gleichmäßig reduzierten Katalysatoren.

Es wurde nun gefunden, dass man diese Schwierigkeiten leicht beheben und auf einfache Weise gleichmäßig reduzierte Katalysatoren herstellen kann, wenn man den staubförmigen Katalysator im Schwebezustand mit einem reduzierend wirkenden Gas behandelt.

Zweckmäßig wird der reduzierend wirkende Gasstrom

zur Bewegung der Katalysatorteilchen benützt. Beispielsweise kann man den Katalysator in ein sich trichterförmig nach oben erweiterndes Gefäß bringen und von unten das reduzierende Gas einleiten. Die Katalysatorteilchen werden dabei vom Gasstrom erfasst und zum Schweben gebracht. Es ist nicht erforderlich, dass sich alle Teilchen dauernd im Schwebезustand befinden, sondern man kann auch so arbeiten, dass die Teilchen sich in einer durch den Gasstrom hervorgerufenen wallenden Bewegung im unteren Teil des Gefäßes befinden. Die zur Reduktion erforderliche Wärme kann durch das reduzierende Gas und/oder durch die Wände des Gefäßes zugeführt werden.

Die Strömung des reduzierenden Gases wird zweckmäßig so bemessen, dass der Katalysator im unteren engeren Teil des Gefäßes schwebt, während er im oberen Teil durch die infolge des größeren Querschnittes des Apparates verminderte Gasströmung sich an den Wänden absetzen und auf diesen wieder nach unten gleiten kann. Es ist sehr einfach, die Arbeitsbedingungen, wie Gasgeschwindigkeit, Apparateabmessung, Korngröße und spezifisches Gewicht des Katalysators, so aufeinander abzustimmen, dass der Katalysator nicht vom Gasstrom zu weit fortgetragen wird. Kleine, vom abziehenden Gas mitgeführte Katalysatormengen können vollständig, beispielsweise durch Filtrieren, Zentrifugieren oder die Einwirkung elektrischer oder magnetischer Felder, zurückgehalten werden. Als Filter können Metallgewebe, Asbesttuch oder vorteilhaft keramische Filter verwendet werden. Wenn gleichzeitig mit der Reduktion eine Befreiung des

Katalysators

Katalysators von zu feinen Teilchen erfolgen soll, bewährt sich die Abscheidung mittels eines Zentrifugalabscheiders oder eines Elektrofilters ganz besonders. Der durch den Zentrifugalabscheider abgeschiedene feinste Staub wird in einem getrennten Gefäß abgezogen.

Den im Schwebezustand reduzierten Katalysator lässt man zweckmäßig im Umsetzungsgefäß in einer Atmosphäre des reduzierenden Gases erkalten. Er kann dann in einem unter dem Reduktionsgefäß angeordneten Gefäß, das durch Spülen mit Wasserstoff oder einem inerten Gas von Sauerstoff befreit worden ist, mit Flüssigkeiten durch mechanisches Rühren oder durch Rührung mit Wasserstoff oder Stickstoff zu einer betriebsfertigen Aufschlämmung vermengt werden.

Das reduzierende Gas kann im Kreislauf benutzt werden, wobei das sich allenfalls durch die Reduktion bildende Wasser zweckmäßig in an sich bekannter Weise beseitigt wird, bevor das Gas zum Reduktionsgefäß zurückkehrt. Die reduzierenden Gase können durch Düsen oder Bodenplatten oder durch ein von dem oberen Teil des Reduktionsgefäßes nach unten geführtes Rohr eingeführt werden.

Der zu reduzierende Katalysator kann dem Gefäß kontinuierlich oder in einzelnen Anteilen zugeführt werden. Im allgemeinen ist die letztgenannte Arbeitsweise zweckmäßiger, doch kann auch die kontinuierliche Arbeitsweise Vorteile haben, z.B. wenn durch die Reduktion eine Kornzerkleinerung eintritt, sodass die fertigreduzierten Teile wegen ihrer geringeren Körnung kontinuierlich mit dem Gasstrom aus dem Gefäß entfernt werden und ausserhalb abgeschieden werden können. Der vollständig reduzierte Katalysator wird so fortlaufend entfernt und nur die noch nicht reduzierten Teile bleiben im Gefäß zurück.

Die

Die vorliegende Arbeitsweise eignet sich zur Behandlung aller zu reduzierenden Katalysatoren, die sich durch ein strömendes Gas tragen lassen. Dabei ist es gleichgültig, ob die Katalysatoren nur aus katalytisch wirksamer Substanz, z.B. einer reduzierbaren Metallverbindung, oder aus Mischungen der katalytisch wirksamen Stoffe mit inerten Stoffen, z.B. Trägern, bestehen. Besonders geeignet sind spezifisch leichte Katalysatoren, die diesen Charakter entweder durch die Art der Fällung oder des Trägermaterials erhalten haben. Ist das spezifische Gewicht größer, so kann man das Verfahren ebenfalls anwenden, muss jedoch die Strömungsgeschwindigkeit des für die Reduktion dienenden Gases erhöhen. Für die Reduktion werden zweckmäßig Wasserstoff oder wasserstoffhaltige Gase mit erheblichem Partialdruck an Wasserstoff verwendet, z.B. technischer Wasserstoff oder Wasserstoff in Mischung mit Stickstoff oder Ammoniak.

Vorzugsweise eignet sich das Verfahren zur Herstellung reduzierter Metalle der 8. Gruppe, insbesondere der Eisengruppe, die vielfach für Hydrierungen, z.B. zum Härten von Ölen, zur Reduktion von Fettsäuren oder deren Estern zu Alkoholen, Nitrilen zu Aminen oder Aldehyden zu Alkoholen, zur katalytischen Reduktion von Kohlenoxyd zu Methan oder höheren Kohlenwasserstoffen oder sauerstoffhaltigen Verbindungen, verwendet werden. Auch für die Herstellung von hochaktiven Katalysatoren für andere Verfahren, z.B. für die Anlagerung von Kohlenoxyd, gegebenenfalls neben Wasserstoff, an olefinische Verbindungen, ist das vorliegende Verfahren sehr brauchbar.

Beispiel.

Beispiel.

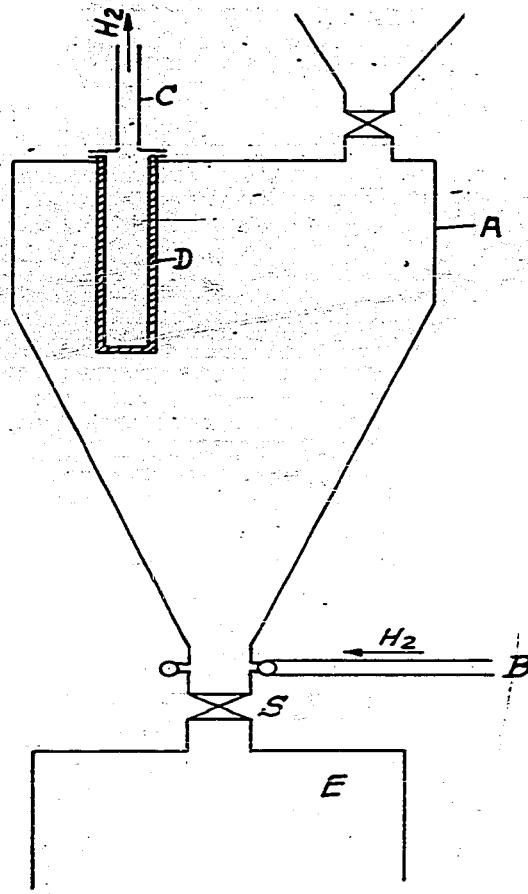
30 Kg eines staubförmigen Katalysators, der durch Fällen einer Kobalt-, Magnesium- und Thoriumnitratlösung mit Kaliumcarbonat in Gegenwart von Kieselgur hergestellt worden ist und aus 35 % Kobalt, 2 % MgO, 2 % Thoriumoxyd und 61 % Kieselgur besteht, werden in einer Vorrichtung, wie sie in der beiliegenden Abbildung schematisch dargestellt ist, reduziert. Der Katalysator befindet sich am Boden des Gefäßes A, dessen Wände von aussen geheizt werden. Durch das Rohr B lässt man im Laufe einer Stunde 15 m³ Wasserstoff, der auf 420° vorgeheizt ist, einströmen. Der überschüssige Wasserstoff verlässt bei C das Reduktionsgefäß, nachdem er durch ein Staubfilter D von Katalysatorresten befreit worden ist. Man lässt den Katalysator im Wasserstoffstrom bis 100° abkühlen und dann durch Öffnen des Staubschiebers E in die im Behälter F vorgelegte Flüssigkeit fallen.

Der Katalysator ist sehr gleichmäßig reduziert und aktiver als ein Katalysator gleicher Zusammensetzung, der in körniger Form reduziert und nach der Reduktion in Gegenwart einer Flüssigkeit vermahlen worden ist.

Patentanspruch:

Verfahren zur Reduktion staubförmiger Katalysatoren, insbesondere solchen, die Metalle der 8. Gruppe des Periodischen Systems enthalten, dadurch gekennzeichnet, dass man den staubförmigen Katalysator im Schwebestand mit einem reduzierend wirkenden Gasstrom behandelt.

I. G. FARBENINDUSTRIE AKTIENGESELLSCHAFT



43542