

je 1/3: Rne, He, He. R 418

Ruhrchemie Aktiengesellschaft
Dru/Kan.

Oberhausen-Rolten, den 5.11.1938.

3032

326

Verfahren zum Regenerieren von Katalysatoren.

Es ist bekannt, die bei der katalytischen Umwandlung von Kohlenoxyd-Wasserstoffgemischen, insbesondere bei der Benzinsynthese benutzten Katalysatoren zwecks ihrer Aufarbeitung zunächst von dem auf den Katalysatoren abgelagerten Paraffin zu befreien. Die Entparaffinierung wurde in der Weise durchgeführt, dass die Katalysatoren entweder mit einem Lösungsmittel extrahiert oder mit Wasserstoff oder inerten Gasen, wie Stickstoff oder Wasserdampf, bei hohen Temperaturen behandelt wurden. Anschliessend wurden die Katalysatoren in Salpetersäure aufgelöst und aus der Metallsalzlösung nach ihrer Reinigung der Katalysator durch Zugabe von Alkalicarbonatlösung frisch gefällt.

Es wurde nun gefunden, dass der entparaffinierte Kontakt, ohne Auflösung des Katalysatormetalls, dadurch vollständig regeneriert werden kann, dass das entparaffinierte Material bei erhöhten Temperaturen mit Wasserstoff unter Anwendung ausserordentlich hoher Strömungsgeschwindigkeiten behandelt wird. So erwies es sich als zweckmässig, wenigstens eine Strömungsgeschwindigkeit von 1000 cbm pro Stunde und m² anzuwenden. Wenn man auf optimale Wirkungen verzichten will, kann man auch schon mit Strömungsgeschwindigkeiten von 500 cbm arbeiten. Die hierbei benötigten grossen Wasserstoffmengen machen es aber erforderlich, den Wasserstoff im Kreislauf zu führen. Hierbei erwies es sich aber als zweckmässig, den Wasserstoff vor seiner Wiedereinführung in die zu regenerierende Katalysatormasse von sauerstoffhaltigen Gasen, wie Kohlenäure und Wasserdampf, möglichst vollständig zu befreien. Der Wasserdampf wird beispielsweise durch

333

Absorptionsmittel wie z. B. Kieselgur oder durch Tiefkühlung oder durch sonstige geeignete Massnahmen aus dem wasserstoffhaltigen Gas entfernt. Für die Herausnahme der Kohlenäure werden die üblichen Absorptionsmittel angewandt. Es hat sich bei der Durchführung des Verfahrens als zweckmässig erwiesen, dass die Entformung des Wasserdampfes und der Kohlenäure wenigstens so weit getrieben wird, dass der rückgeführte Wasserstoff pro cbm weniger als 2,5 g Oxide des Kohlenstoffs und weniger als 1 g Wasserdampf enthält. Die auf diese Weise regenerierten Katalysatoren zeigen bei ihrer Inbetriebnahme eine ausserordentlich grosse Aktivität, die der Aktivität von durch Fällung frisch hergestellter Katalysatoren nichts nachsteht.

P a t e n t a n s p r ü c h e .

Anspruch 1:

Verfahren zum Regenerieren von zur katalytischen Umwandlung von Kohlenoxyd-Wasserstoffgemischen, insbesondere zur Benzinsynthese benutzten Katalysatoren durch Behandlung mit Wasserstoff bei erhöhten Temperaturen, dadurch gekennzeichnet, dass die ausgebrauchten Katalysatoren nach Beseitigung des auf ihnen abgelagerten Paraffins mit Wasserstoff bei ausserordentlich hohen Strömungsgeschwindigkeiten behandelt werden.

Anspruch 2:

Verfahren nach Anspruch 1, dadurch gekennzeichnet, dass Strömungsgeschwindigkeiten von mindestens 1000 cbm/ Stunde und m^2 angewandt werden.

Anspruch 3:

Verfahren nach Anspruch 1 und 2, dadurch gekennzeichnet, dass der Wasserstoff im Kreislauf geführt wird.

10004

328

Anspruch 4:

Verfahren nach Anspruch 1-3, dadurch gekennzeichnet, dass der wiederverwendete Wasserstoff vorher von Wasserdampf und Kohlensäure befreit wird, wobei zweckmässig die Entfernung dieser Stoffe so weit getrieben wird, dass der rückgeführte Wasserstoff pro cbm weniger als 2,5 g Oxyde des Kohlenstoffs und weniger als 1 g Wasserdampf enthält.

RUHRCHEMIE AKTIENGESELLSCHAFT,

1) Ro-e 100

2) He 50, Na 50

003

R. 416

Chemische Aktiengesellschaft

Oberhausen-Holten, den 5.11.38.

I/76/1111.

229

Verfahren zur Regeneration von Katalysatoren
für die Kohlenoxydhydrirung.

(Zusatz zu Anmeldung R. 97 394 IVo/120.)

Gegenstand der Anmeldung R. 97 394 IVo/120 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 abgetriebenen hochmolekularen Produkte abgetrieben sind. Bei dieser Ausführungswiese der Wasserstoffbehandlung gelingt es aber nicht, die Aktivität des Kontakts auch nur annähernd auf die ursprüngliche Höhe zurückzuführen, sodass abschliessend 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 Paraffin-
kohlenwasserstoffe restlos entfernt werden, sondern dass
auch andere inaktivierend wirkende Ablagerungen im Kontakt
soweit herausgenommen worden, dass der Kontakt eine Aktivi-
tät erhält, die einem frisch hergestellten Kontakt ent-
spricht.

Bei der erfindungsgemässen Durchführung der Wasser-
stoffbehandlung ist es zweckmässig, die Temperatur nur all-
mählich zu steigern, um eine Bildung von Kackprodukten
und gegebenenfalls Kohlenstoff aus den abgelagerten hoch-
molekularen Produkten zu verhüten.

Die Verfahrensweise wird durch das nachfolgende
Beispiel erläutert.

B e i s p i e l .

Ein in üblicher Weise durch Fällung hergestellter
Kontakt, der 100 Teile Co, 5 Teile ThO₂ und 8 Teile MgO
auf 200 Teile Kieselgur enthält und 3500 Stunden bei Tempe-
raturen von ca. 185 - 192° gefahren war, wurde zunächst 2 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 Wasser-
stoffbehandlung wurde in der Weise durchgeführt, dass zu-
nächst 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.

Patentansprüche.

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/12a), dadurch gekennzeichnet, dass die Wasserstoffbehandlung über die Dauer der Paraffinotfernung hinaus fortgesetzt wird.

2) Ausführungsform des Verfahrens nach Anspruch 1, gekennzeichnet durch allmähliches Ansteigenlassen der Temperatur.

RUHRCHEMIE AKTIENGESELLSCHAFT.