

*Phosphorbronze-Aktiengesellschaft
Oberhausen-Holten*

Oberhausen-Holten, den 20. Juli 1939
RB Abt. BVA Roe/Hgd.-

7144

Sekretariat Hg.	
Eingang:	20. 7. 1939
Lfd. Nr.:	2722
Beantw.:	/

Herrn Dr. F e i s t .

Beiliegend übersende ich Ihnen die Niederschrift
über meine Mitteilung in der letzten Erfahrungs-Austausch-
Sitzung, betr. die trockene Regeneration, zwecks Beilage zu
den Sitzungsberichten.

Ddr. Hg. ✓

Über die trockene Regeneration ausgebrauchter
Katalysatormassen.

(Mitteilung in der Erfahrungsaustauschsitzung am
14. Juli 1939 in Bergkamen).

Mit Folgendem teilen wir die Ergebnisse neuer Laborversuche über die Verlängerung der Lebensdauer von Benzin-Katalysatoren mit.

Es ist bereits bekannt, dass sich in der Katalysatormasse Kohlenstoff abscheidet, wenn die Reaktionstemperatur erheblich über die normale Synthesetemperatur hinaussteigt, sowie dass dadurch die Masse unbrauchbar wird. Wir haben nun schon im Jahre 1935 gefunden, dass auch bei normalem Synthesegang als Folge einer geringen Nebenreaktion vermutlich regelmässig kleine Mengen Kohlenstoff abgeschieden werden. Später wurde diese Beobachtung an Modellversuchen quantitativ verfolgt. Dabei wurde gefunden, dass bereits ausserordentlich geringe Kohlenstoffmengen, welche durch künstliche Kohlung in die Katalysatormasse eingelagert wurde, imstande sind, die katalytische Wirksamkeit stark herabzusetzen.

Wir haben anschliessend versucht, derartige künstlich gekohlte Katalysatoren wieder zu entkohlen. Dabei wurde gefunden, dass man den künstlich eingelagerten Kohlenstoff mittels Wasserstoff unter solchen Bedingungen in Methan überführen und damit austragen kann, unter welchen die Katalysatormasse nicht oder nicht nennenswert geschädigt wird. Die Untersuchung der katalytischen Wirksamkeit ergab, dass durch künstliche Kohlung inaktivierte Katalysatoren nach der Entkohlung wieder aktiv waren.

Wenn nun bei der normalen Synthese aus Nebenreaktion Kohlenstoffabscheidung eintritt, wenn diese Kohlenstoffabscheidung den Katalysator schädigt und wenn eingelagerter Kohlenstoff wieder entfernt werden kann, so entstand die Frage, ob etwa ausgebrauchte Katalysatoren durch eine ähnliche

Behandlung mit Wasserstoff wieder belebt werden konnten? Hierüber wurden zahlreiche Versuche ausgeführt, welche lange Zeit hindurch erfolglos blieben. Schliesslich gelang jedoch die Wiederbelebung ausgebrauchter Katalysatoren, insbesondere mit den neuen magnesiumhaltigen Katalysatoren.

Wir haben also Katalysatoren, welche im Laboratorium 4 - 5 Monate in Betrieb waren, ohne sie aus dem Rohr zu nehmen, zunächst wie üblich entparaffiniert und dann in geeigneter Weise mit Wasserstoff behandelt und dadurch wiederbelebt.

Bei den Modellversuchen wurde zwar der Kohlenstoff besonders beachtet. Wir wollen jedoch nicht behaupten, dass bei der trockenen Regeneration mittels Wasserstoff nur Kohlenstoff ausgetragen wird, sondern vielmehr, dass allgemein organische und anorganische, mit Wasserstoff flüchtige Stoffe aus Nebenreaktionen wieder entfernt werden.

Wir haben weiterhin die Versuche ausgedehnt auf solche Katalysatoren, welche im Grossbetrieb benutzt worden waren, und auch damit Erfolg gehabt.

Nach der trockenen Regeneration zeigen die wiederbelebten Katalysatoren bei der üblichen Prüfung keinen Unterschied gegenüber frisch hergestellten Katalysatoren. Sie ergeben anschliessend auch wieder mehrmonatliche Laufzeiten. Im günstigsten Falle haben wir also wieder die volle Aktivität frisch hergestellter Katalysatoren erreicht.

Wir haben dann solche, bereits einmal trocken regenerierte Katalysatoren nach Ablauf der zweiten, mehrmonatlichen Betriebsperiode erneut trocken regeneriert und damit erneut wieder eine hohe Aktivität hergestellt. Dies haben wir bis jetzt bei ein und demselben Katalysator dreimal ausführen können und damit eine Laufzeit von über 14.000 Stunden erreicht, ohne dass wir das Ende seiner Lebensdauer erreicht haben.

Damit ist also nachgewiesen, dass es möglich ist,

bisher als ausgebraucht betrachtete Massen auf trockenem Wege so wiederzubeleben, dass man Laufzeiten von weit über einem Jahr erreicht. Unser längstlaufender Katalysator hat jetzt eine Lebensdauer von über zwei Jahren erreicht, allerdings in der ersten Periode vor Kenntnis der Trockenregeneration nicht immer mit vollem Umsatz.

Schliesslich ist es uns in allerletzter Zeit auch gelungen, solche Katalysatoren auf trockenem Wege wiederzubeleben, welche vorher durch schonende Oxydation inaktiviert worden waren. So z.B. konnten wir eine Probe einer in Rauxel in Betrieb inaktivierten Kübelfüllung auf trockenem Wege wiederbeleben.

Wir haben diese Ergebnisse nicht früher mitgeteilt, weil bei den nunmehr sehr langen Laufzeiten ausserordentlich lange Beobachtungszeiten nötig sind, ehe ein sicheres Urteil über die Ergebnisse gewonnen werden kann. Diese langen Beobachtungszeiten werden auch weiterhin die Hauptschwierigkeit bei den Versuchen zur Auffindung der günstigsten Bedingungen bleiben, da wir zur Feststellung des Erfolgs nach wie vor auf die direkte katalytische Prüfung angewiesen sind.

Wir beginnen jetzt mit der Durchführung dieser Versuche im grossen und hoffen im Laufe des nächsten halben Jahres einige Kübelfüllungen von trocken regenerierter Masse herstellen zu können.

Wir machen diese Mitteilungen zunächst mit allem Vorbehalt hinsichtlich der technischen Anwendbarkeit.

Rae