

DEUTSCHES REICH



AUSGEGEBEN AM
3. DEZEMBER 1942

REICHSPATENTAMT
PATENTSCHRIFT

Nr 728766

KLASSE 12^o GRUPPE 1 03

B 182388 IV d/12 0

3230



Dr. Erwin Sauter in Schwarzheide über Ruhland, Lausitz,



ist als Erfinder genannt worden.

Braunkohle-Benzin A. G. in Berlin

**Verfahren zur Inbetriebnahme von frischen oder regenerierten Katalysatoren
für die Kohlenwasserstoffsynthese**

Patentiert im Deutschen Reich vom 16. März 1938 an
Patenterteilung bekanntgemacht am 5. November 1942

Gemäß § 2 Abs. 2 der Verordnung vom 28. April 1938 ist die Erklärung abgegeben worden,
daß sich der Schutz auf das Land Österreich erstrecken soll.

Es ist bekannt, daß manche Katalysatoren, z. B. die für die Kohlenwasserstoffsynthese aus CO und H₂ nach Fischer-Tropsch verwendeten, kurz nach ihrer Herstellung oder Regenerierung eine unerwünschte hohe Empfindlichkeit und Aktivität aufweisen. So sind frische Kontakte für die Fischer-Tropsch-Synthese außerordentlich luftempfindlich (pyrophor) und reagieren auch mit dem Synthesegas derart lebhaft, daß die bei der Reaktion entbundene Wärme die Kontakte schwer schädigt, wenn nicht sogar unbrauchbar macht. Selbst wenn die frischen Kontakte mit äußerster Vorsicht in Betrieb genommen werden, so daß schwerere Kontaktschädigungen vermieden werden, läßt es sich nicht verhindern, daß zu Anfang der Reaktion unerwünscht große Mengen von relativ wertlosem Methan gebildet werden.

Ein Beladen der Kontakte mit Kohlen- säure, wie es z. B. für die bei der Fetthärtung benutzten vorgeschlagen worden ist, würde sie zwar bei gewöhnlicher Temperatur weitgehend unempfindlich machen; bei der Inbetriebnahme der Kontakte durch Beanspruchung mit Synthesegas bei erhöhter Temperatur entweicht jedoch die Kohlensäure praktisch augenblicklich, so daß der Umsatz mit dem Synthesegas mit unverminderter Heftigkeit vor sich geht.

Zur Vermeidung dieser Schwierigkeiten hat man bereits vorgeschlagen (französische Patentschrift 802 536), die frischen Kontakte mit unter Reaktionsbedingungen langsam entweichenden Stoffen, z. B. Reaktionsprodukten der Synthese zu tränken, gegebenenfalls nach voraufgegangener Beladung mit inerten Gasen, wie CO₂ o. dgl. Nach diesem Verfahren be-

handelt, lassen sich die Kontakte tatsächlich gefahrlos an der Luft handhaben, und entsprechend der starken Beladung mit aktivitätsverringenden Stoffen geht die Synthese bei der Inbetriebnahme der Kontakte langsam und verhältnismäßig gefahrlos vonstatten. Bei diesem Verfahren wird sowohl der Schutz des Kontaktes gegen Luft bei niedriger Temperatur als auch der gegen Synthesegas bei erhöhter Temperatur durch eine einmalige Tränkung mit festen oder flüssigen inerten Stoffen erreicht.

Diese bekannte Art der Tränkung besitzt aber einige Nachteile. So sind die mit flüssigen oder festen Syntheseprodukten getränkten Katalysatoren nur recht schlecht in die Synthesöfen einfüllbar, da die einzelnen Kontaktkörner leicht aneinanderkleben und so eine gleichmäßig dichte Lagerung des Kontaktes verhindert wird. Weiter verringert die Tränkung des gesamten Kontaktes die Anfangsaktivität in unerwünscht hohem Maße über zu lange Zeiträume, und überdies wird dabei die Aktivität in einer unvorteilhaften Weise abgestuft, da, wenn die zuerst vom Gas getroffenen vom Tränkungsmittel schon befreit sind, die nachfolgenden noch inaktiviert sind, während gerade diese Schichten, die nur mit durch Reaktionsprodukte verdünntem Gas in Berührung kommen, des geringsten oder gar keines Schutzes bedürfen.

Es wurde nun gefunden, daß sich die genannten Schwierigkeiten beheben lassen, wenn man für die Inaktivierung der Kontakte gegen Luft bei niedriger Temperatur in an sich bekannter Weise ein gasförmiges Schutzmittel, insbesondere CO_2 , anwendet und dann nach dem Einfüllen des Kontaktes in den Synthesofen ihn mit festen oder flüssigen Tränkungsmitteln von der Art der Syntheseprodukte, die unter Synthesebedingungen langsam vom Synthesegas vom Kontakt entfernt werden, gegen eine zu heftige Einwirkung des Synthesegases schützt. Dabei wird nicht

der gesamte im Synthesofen befindliche Kontakt mit dem Tränkungsmittel behandelt, sondern nur die vom Synthesegas zuerst beaufschlagten Schichten, da die nachfolgenden ein durch Reaktionsprodukte verdünntes Synthesegas erhalten, das nicht mehr so lebhaft reagiert. Besonders zweckmäßig ist es, den Kontakt im Synthesofen dadurch zu inaktivieren, daß Tränkungsmittel auf die obersten Schichten aufdestilliert werden; auf diese Weise ist eine rasche und gleichmäßige Tränkung des Kontaktes sicher zu erreichen. Auch gestattet dieses Tränkungsverfahren, die Tränkung während des Anfahrens ohne Zeitaufenthalt zu wiederholen, wenn sich herausstellen sollte, daß der Kontakt so aktiv ist, daß eine einmalige Tränkung nicht ausreicht.

Das Verfahren nach der Erfindung hat den Vorteil, daß die Kontakte sich leicht einfüllen lassen und die Reaktion rascher auf den Höchstwert gelangt, ohne daß der Katalysator geschädigt wird.

PATENTANSPRÜCHE:

1. Verfahren zur Inbetriebnahme von frischen oder regenerierten Katalysatoren für die Kohlenwasserstoffsynthese aus Kohlenoxyd und Wasserstoff, bei dem die Anfangsaktivität der Kontakte durch Behandlung mit festen oder flüssigen Tränkungsmitteln von der Art der Syntheseprodukte herabgesetzt wird, dadurch gekennzeichnet, daß mit Kohlensäure in an sich bekannter Weise gegen Luft unempfindlich gemachte Kontakte in die Reaktionsöfen eingefüllt und die vom Reaktionsgas zuerst getroffenen Kontaktschichten im Reaktionsofen selbst mit den Tränkungsmitteln behandelt werden.

2. Verfahren nach Anspruch 1, dadurch gekennzeichnet, daß die Tränkungsmittel auf den im Reaktionsofen befindlichen Katalysator aufdestilliert werden.