



Wirtschaftspatent

Erteilt gemäß § 5 Absatz 1 des Änderungsgesetzes zum Patentgesetz

ISSN 0433-6461

(11)

155 390

Int.Cl.³ 3(51) B 01 J 33/00
B 01 J 35/08
B 01 J 37/32

AMT FUER ERFINDUNGS- UND PATENTWESEN

In der vom Anmelder eingereichten Fassung veröffentlicht

(21) WP B 01 J/ 226 180

(22) 17.12.80

(44) 09.06.82

- (71) VEB DEUTSCHES HYDRIERWERK RODLEBEN, ROSSLAU/ELBE;DD;
(72) ARING, HEINZ,DR. DIPL.-CHEMIKER;SCHULZ, JOACHIM;FOERSTER, HORST,DR. DIPL.-CHEMIKER;
PHILIPP, HANNES,DIPL.-CHEMIKER;DD;
LAMBRECHT, WOLFGANG,DR. DIPL.-CHEMIKER;THAETNER, RICHARD,DR. DIPL.-CHEMIKER;DD;
(73) siehe (72)
(74) GUENTER KACZMAREK, VEB DEUTSCHES HYDRIERWERK RODLEBEN, 4530 ROSSLAU/ELBE, PSF 140

(54) VERFAHREN ZUR HERSTELLUNG EINES KATALYSATORS

(57)Das vorliegende Verfahren betrifft die Herstellung von Katalysatoren, die aus hochdisperssem pyrophorem Metall oder hochdisperssem pyrophorem Metall auf einem anorganischen Traeger mit einem Anteil von 60 bis 90 % eines ueber 315 K schmelzenden Stoffes, wie z.B. Hartfett, Hartparaffin oder Fettamin, bestehen. Die Besonderheit des Verfahrens besteht darin, daß die Katalysatoren durch Verspruehen der geschmolzenen Suspension mit Hilfe von Zweistoffduesen, die aus einem laengeren zylindrischen und einem kuerzeren konischen Teil bestehen, hergestellt wurden. Die Katalysatoren liegen nach der Verspruehung in feinkoerniger, gut rieselfaehiger, luftstabiler Form vor.

Titel der Erfindung

Verfahren zur Herstellung eines Katalysators

Anwendungsgebiet der Erfindung

Die Erfindung betrifft ein Verfahren zur Herstellung von luftstabilen, in Hartfett, Hartparaffin, Fettamin oder ähnliche hoch schmelzende organische Produkte eingetragene Katalysatoren. Diese Katalysatoren werden vorwiegend bei Hydrierprozessen in der Fettstoffindustrie eingesetzt. Daneben ist der Einsatz dieser Katalysatoren bei vielen anderen Hydrierprozessen möglich.

Charakteristik der bekannten technischen Lösungen

Metall- und Metallträgerkatalysatoren werden für vielfältige Hydrierprozesse benötigt und eingesetzt. Solche Katalysatoren werden großtechnisch hergestellt. Die prinzipielle Herstellung ist bekannt und in der Literatur beschrieben. Die hochdispersen Katalysatoren sind nach der aktivierenden Reduktion der Metallsalze im allgemeinen pyrophor und müssen deshalb für Transport und Lagerung luftstabilisiert werden. Für die Verwendung in der Fettstoffindustrie hat sich dazu der Eintrag in geschmolzenes Hartfett (F_p 315 K) bewährt. Für andere Hydrieraufgaben ist der Eintrag der Katalysatoren in geschmolzenes Hartparaffin, Fettamin oder ähnliche Produkte möglich. Zur Vermeidung von Inhomogenitäten und zur besseren Handhabung wird die beim Abkühlen erstarrende Katalysatorsuspension zu einem geschuppten Produkt verarbeitet, das ohne wesentliche Aktivitätseinbuße in Anwesenheit von Luftsauerstoff lager- und transportfähig ist. Derartige Katalysatoren sind handelsüblich und in der Literatur mehrfach beschrieben.

Von Nachteil ist bei diesen Katalysatoren das relativ schlechte Riesel- und Dosierverhalten. Die Schwierigkeiten beginnen bei der Abpackung der Katalysatoren und setzen sich fort bis zur Dosierung für Hydrierungen. Insbesondere beim pneumatischen Transport der Katalysatoren kommt es in Rohrleitungsverengungen und -bögen leicht zu Verstopfungen, die zeitaufwendige manuelle Reinigungsoperationen erfordern sowie den Betrieb automatischer Abpack- und Dosiersysteme erschweren.

Ziel der Erfindung

Ziel der Erfindung sind Katalysatoren, die zur Luftstabilisierung in Hartfett, Hartparaffin, Fettamin oder ähnliche, über 315 K schmelzende organische Substanzen eingearbeitet und gut rieselfähig sind und sich ohne Störungen pneumatisch fördern lassen.

Darlegung des Wesens der Erfindung

Die erfindungsgemäße Aufgabe der Herstellung eines rieselfähigen stabilisierten und eingebetteten Katalysators wird dadurch gelöst, daß die geschmolzenen Katalysatorsuspensionen, die einen organischen Feststoffanteil von 10 bis 35 % haben, zu feinkörnigen, annähernd kugelförmigen Teilchen versprüht werden. Während der Versprühung wird so gekühlt, daß die Temperatur der Schmelze auf Werte wesentlich unter den Erstarrungspunkt absinkt.

Die Versprühung wird in einem bekannten Sprühtrockner vorgenommen. Die für die Versprühung üblichen Druckdüsen und Sprühscheiben sind für die Versprühung der Katalysatorsuspensionen weniger geeignet.

Es wurde gefunden, daß ein störungsfreies Versprühen in einem Zerstäubungstrockner möglich ist, wenn für die Produktversprühung Zweistoffdüsen (Saugdüsen) gemäß Figur 1 verwendet werden, deren Bohrung 1 bis kurz vor der Düsenöffnung einen konstanten Durchmesser besitzt und die im letzten Teil 2 konisch erweitert ist. Über den Anschluß 3 wird ein Gas mit einem Überdruck von 0,1 bis 0,5 MPa und einer Temperatur, die mindestens 10 K über der Erstarrungstemperatur der Suspension liegt,

der Düse zugeführt. Die Suspension wird am Anschluß 4 zugeführt. Die Austrittsöffnung 5 für die Saugluft wird so einreguliert, daß am Anschluß 4 ein Unterdruck von 10 bis 1000 Pa anliegt. Das Abkühlen der versprühten Suspension im konischen Teil 2 erfolgt in üblicher Weise mit Kaltluft oder kaltem Inertgas. In Düsen dieser Art und der vorgeschlagenen Arbeitsweise erfolgt kein Sedimentieren der Feststoffe aus der Suspension. Durch Variation von Gasdruck und -temperatur an der Düse, der Produkttemperatur, dem Produktdurchsatz, dem Feststoff-Fettverhältnis und dem Saugdruck am Düsenausgang sind die mittlere Korngröße und das Korngrößenspektrum des versprühten Katalysators in weiten Grenzen variierbar.

Ausführungsbeispiel

1. a) Ein frisch reduzierter, pulverförmiger Ni-Träger-Katalysator wird ohne vorherigen Luftkontakt bei 360 K unter Rühren in geschmolzenes Hartfett eingetragen bis das Verhältnis Feststoff zu Hartfett wie 1 zu 2,5 beträgt. Die Suspension wird dann auf 345 K abgekühlt und in einem 1 m³ großen Sprühtrockner mittels Saugdüsen entsprechend Figur 1 versprüht. In die Saugdüse wird durch den Anschluß 3 Stickstoff mit einem Überdruck von 0,2 MPa und einer Temperatur von 335 K eingeblasen und die Austrittsöffnung so einreguliert, daß sich am Anschluß 4 der Düse ein Unterdruck von 500 Pa einstellt. Mittels einer regelbaren Pumpe wird dann der Düse über den Anschluß 4 so viel Katalysatorsuspension zugeführt, daß das Produkt gerade noch ausreichend versprüht wird. Der versprühte Katalysator wird mit Kaltluft von 291 K bis 295 K gekühlt und in üblicher Weise ausgetragen. Dabei fällt ein feinkörniger, gut rieselfähiger Katalysator an.
- b) Die Aktivität des geschuppten und des versprühten Katalysators wurde an der Reaktionsgeschwindigkeit der Fetthärtung bestimmt. Die Aktivität wurde auf die eines Laborstandard-Katalysators bezogen, dessen Aktivität gleich 1 gesetzt wurde.

Wie folgende Tabelle zeigt, unterscheiden sich die Aktivitäten der im Hartfett eingetragenen geschuppten bzw. versprühten Katalysatoren nicht signifikant.

Tabelle 1

<u>Katalysator</u>	<u>Katalysatorform</u>	<u>Aktivität</u>
H 1181/S	geschuppt	1,19
H 1187/S	geschuppt	1,36
H 1181/K	versprüht	1,24
H 1187/K	versprüht	1,43

2. Der Katalysator wird analog zu Beispiel 1. a) hergestellt. Anstelle von Hartfett wird der Katalysator in Hartparaffin eingetragen.

Die Aktivität des geschuppten und des versprühten Katalysators wurde an der Fettsäurehärtungsreaktion bestimmt und auf die eines Laborstandard-Katalysators bezogen, dessen Aktivität gleich 1 gesetzt wurde. Die Ergebnisse sind in Tabelle 2 zusammengestellt. Sie zeigen, daß sich die Aktivitäten der geschuppten und der versprühten Katalysatoren wiederum nicht signifikant unterscheiden.

Tabelle 2

<u>Katalysator</u>	<u>Katalysatorform</u>	<u>Aktivität</u>
Kt 6500/PS	geschuppt	1,08
Kt 6500/PK	versprüht	1,05
Kt 6503/PS	geschuppt	1,15
Kt 6503/PK	versprüht	1,21

3. Der Katalysator wird analog zu Beispiel 1. a) hergestellt. Anstelle von Hartfett wird der Katalysator in Fettamin eingetragen.

Die Aktivität des geschuppten und des versprühten Katalysators wurde bei der Hydrierung von Fettsäurenitrilen zu Fettaminen bestimmt. Die ermittelte Aktivität wurde auf die eines Laborstandard-

Katalysators bezogen, dessen Aktivität gleich 1 gesetzt wurde. Die Ergebnisse sind in Tabelle 3 zusammengestellt. Sie zeigen, daß sich die Aktivitäten der geschuppten und der versprühten Katalysatoren wiederum nicht signifikant unterscheiden.

Tabelle 3

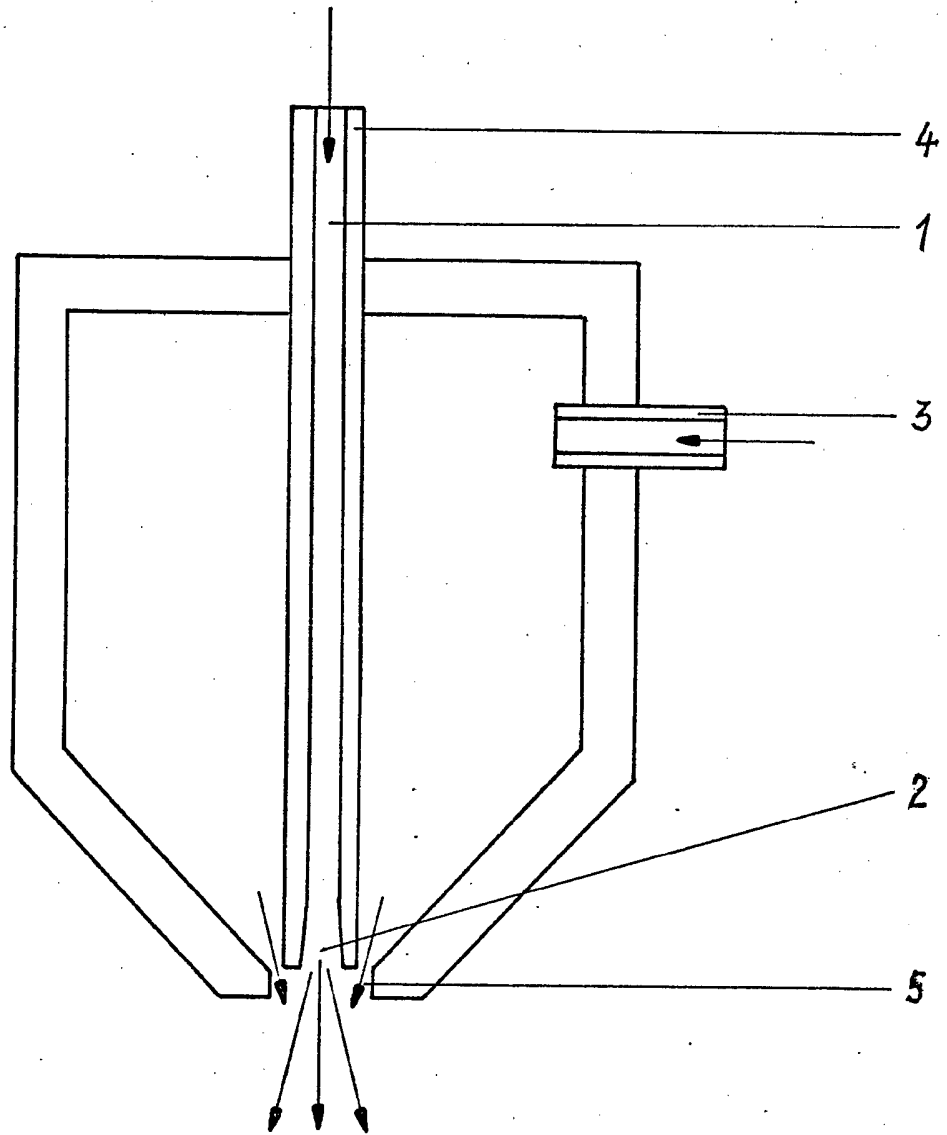
<u>Katalysator</u>	<u>Katalysatorform</u>	<u>Aktivität</u>
Kt 6500/PS	geschuppt	0,96
Kt 6500/PK	versprüht	0,93
Kt 6503/PS	geschuppt	1,13
Kt 6503/PK	versprüht	1,17

Erfindungsanspruch

1. Verfahren zur Herstellung von Katalysatoren, die aus hochdisperssem, pyrophorem Metall oder hochdisperssem, pyrophorem Metall auf anorganischem Träger und einem Anteil von 60 bis 90 % eines über 313 K schmelzenden Stoffes, beispielsweise Hartfett, Hartparaffin oder Fettamin bestehen, dadurch gekennzeichnet, daß die geschmolzenen Katalysatorsuspensionen durch Versprühung und gleichzeitige Abkühlung in eine feinkörnige, gut rieselfähige, luftstabile Form über-führt werden.

2. Verfahren nach Punkt 1, dadurch gekennzeichnet, daß für die Versprühung der Katalysatorsuspensionen Zweistoffdüsen, deren Bohrung für den Produktdurchtritt bis kurz vor der Düsenöffnung einen konstanten Durchmesser besitzen und die im letzten Teil konisch erweitert sind, eingesetzt werden.

Hierzu 1 Seite Zeichnungen



Figur 1