



(12) Ausschließungspatent

(11) DD 298 356 A5

Erteilt gemäß § 17 Absatz 1
Patentgesetz der DDR
vom 27.10.1983
in Übereinstimmung mit den entsprechenden
Festlegungen im Einigungsvertrag

5(51) B 01 J 23/94
B 01 J 38/06
B 01 J 38/64
C 07 C 15/46

DEUTSCHES PATENTAMT

In der vom Anmelder eingereichten Fassung veröffentlicht

(21)	DD B 01 J / 331 663 0	(22)	10.08.89	(44)	20.02.92
------	-----------------------	------	----------	------	----------

(71)	siehe (73)
(72)	Gaidies, Andre, Dipl.-Chem.; Sager, Dieter, Dr. Dipl.-Chem., DE
(73)	BUNA AG, O - 4212 Schkopau, DE

(54) Verfahren zur Regenerierung von kaliumpromotierten Dehydrierkatalysatoren

(55) Wasserdampf; Regenerierung; Dehydrierkatalysator, eisenoxidhaltig; Styren; Rohrbündelreaktor, kombiniert; Temperung; Langzeitstabilität; Kaliumpromotierung; Kaliumionenlösung; Kaliumzusatz, portionsweise; Kaliumdefizit ausgleich

(57) Die Erfindung bezieht sich auf ein Verfahren zur Regenerierung von kaliumpromotierten Dehydrierkatalysatoren auf der Basis von Eisenoxid für die Synthese von Styren aus Ethylbenzen, die mit zunehmender Einsatzdauer ein Kaliumdefizit aufweisen, in einem beheizten Rohrbündelreaktor mit einem nachfolgendem Katalysatorbett. Das Verfahren beinhaltet die simultane und portionsweise Zufuhr von Wasserdampf und einer wäßrigen Lösung einer Kaliumionenverbindung zum Katalysator im Rohrbündelteil und in einem nachfolgendem Bett in definierter Weise, die jeweils von einer Temperaturbehandlung des Katalysators bei unterbrochener Wasserdampfung begleitet ist. Das Verfahren führt zu einer erhöhten katalytischen Langzeitstabilität des Katalysators.

Patentanspruch:

Verfahren zur Regenerierung von kaliumpromotierten Dehydrierkatalysatoren auf der Basis von Eisenoxid für die Synthese von Styren aus Ethylbenzen, die mit zunehmender Betriebsdauer ein Kaliumdefizit aufweisen, in situ in einem Reaktor, der aus einem beheizbaren Rohrbündelteil und aus einem nachfolgenden Katalysatorbett besteht, durch die Zugabe einer wäßrigen Kaliumhydroxid- oder Kaliumcarbonatlösung zusammen mit Wasserdampf, **gekennzeichnet dadurch**, daß die Zugabe der Lösung mit einem Kaliumionengehalt von 0,6 mol/l bis 4,0 mol/l bei einer Temperatur, die zwischen der mittleren Katalysatortemperatur während der Dehydrierreaktion und einer maximal 20 Kelvin höheren Temperatur gewählt wird, simultan und portionsweise in 5 gleichen Teilen zum Katalysator im Rohrbündel und in 3 gleichen Teilen zum Katalysator in der nachfolgenden Schicht in einem Verhältnis von 20:1 bis 15:1 unter Einhaltung der Massenverhältnisse von insgesamt zugegebenen Kaliumionen zu Wasserdampf von 1:45 bis 1:20 und des von zugeführten Kaliumionen zu dem im Reaktor befindlichen Katalysator von 1:100 bis 1:40 erfolgt, wobei nach jeder portionsweisen Kaliumionenzugabe die Zufuhr von Wasserdampf halbstündig unterbrochen wird, woran sich nach Beendigung der Kaliumionenzugabe eine einstündige Behandlung des Katalysators bei der gewählten Regenerierungstemperatur und unterbrochener Wasserdampffzufuhr vor seiner schrittweisen Wiederbelastung mit Wasserdampf und Ethylbenzen anschließt.

Anwendungsgebiet der Erfindung

Die Erfindung bezieht sich auf ein Verfahren zur Regenerierung kaliumpromotierter Dehydrierkatalysatoren auf der Basis von Eisenoxid, die mit zunehmender Einsatzdauer gegenüber den Frischkatalysatoren ein Kaliumdefizit aufweisen, in situ in einem Reaktor, der aus einem beheizbaren Rohrbündelteil und aus einem nachfolgenden Katalysatorbett besteht.

Charakteristik bekannter technischer Lösungen

Die katalytische Dehydrierung von Ethylbenzen zu Styren ist ein bekanntes großtechnisches Verfahren zur Herstellung von Monomeren für die Kunststoffindustrie. Hierbei wird meist ein Gemisch aus Ethylbenzen und Wasserdampf über einen Katalysator geleitet.

Auf Grund der starken Endothermie der Dehydrierungsreaktion hängt der Umsatzgrad stark von der zugeführten Wärmemenge zum Reaktor ab. In Abhängigkeit von der Wärmezufuhr unterscheidet man generell zwischen dem adiabatischen und isothermen Verfahren, die neben unterschiedlichen Reaktoren (Schachtofen bzw. Rohrbündelreaktor) auch unterschiedliche Reaktionsparameter bedingen.

Aus der Literatur ist bekannt, die Vor- bzw. Nachteile der beiden Verfahren durch ihre teilweise Kombination zu nutzen bzw. abzubauen. So wird in der Schrift DE-A 1 290 130 ein Verfahren zur katalytischen Dehydrierung von Kohlenwasserstoffen beschrieben, bei dem hinter einem indirekt beheizten Röhrenofen ein nachfolgendes Katalysatorbett angeordnet ist.

Aus der Vielzahl der möglichen Katalysatoren erwiesen sich solche auf der Basis von kaliumpromotierten Eisenoxiden als besonders geeignet. Es wird allgemein angenommen, daß die Alkaliverbindungen, insbesondere die Kaliumverbindungen, sowohl die katalytischen Leistungsparameter des Katalysators verbessern, als auch selbst katalytisch wirken, indem sie eine Reaktion zwischen dem Wasserdampf und den unerwünschten den Katalysator vergiftenden kohlenstoffhaltigen Zwischenprodukten katalysieren.

Obwohl der Katalysator über einen längeren Zeitraum autoregenerativ ist, wird eine periodische Regenerierung notwendig, d. h. es wird bevorzugt Wasserdampf als alleinige Einsatzkomponente für einen kurzen Zeitraum über den Katalysator geleitet.

Durch die Bildung von unter den Reaktionsbedingungen flüchtigem Kaliumchlorid kommt es mit fortschreitender Einsatzdauer des Katalysators zu einer zunehmenden Kaliumverarmung (DE-AS 1 181 694 und DE-AS 1 618 244), insbesondere im oberen Teil der Katalysatorschüttung, mit negativen Auswirkungen auf seine katalytischen Leistungsparameter und Langzeitstabilität. Das schädigende Chlorid gelangt als Spurenverunreinigung mit dem Einsatzprodukt Ethylbenzen (DE-AS 1 618 244) und/oder mit dem Wasserdampf auf den Katalysator. Es existieren in der Patentliteratur einige Vorschläge zur Vorbeugung von Alkaliverlusten bzw. zur Wiederherstellung der ursprünglichen Alkalikonzentrationen in situ im Katalysator. Der vorgeschlagene Einsatz von Katalysatoren mit sehr hohen Gehalten an Alkalimetallverbindungen (DE-AS 1 181 694) sollte sich neben der negativen Beeinflussung der katalytischen Aktivität besonders nachteilig auf ihre physikalischen Eigenschaften auswirken. Besonders auf Grund der erhöhten Feuchtigkeitsempfindlichkeit dieser Katalysatoren beobachtet man eine Abnahme ihrer mechanischen Festigkeit. Nach DE-AS 1 618 244 wird erwogen, das Chlorid im Ethylbenzen durch eine chloridadsorbierende Vorschicht und/oder eine dem Reaktor vorgeschaltete Extraktion zu entfernen. Hierzu ist jedoch ein hoher apparativer Aufwand nötig und es kann nicht ausgeschlossen werden, daß das in den Einsatzprodukten enthaltene Chlorid nach der Sättigung der Vorschicht auf den Katalysator gelangt.

Zur Vermeidung größerer Alkalimetallverluste des Katalysators mit seiner zunehmenden Einsatzdauer wird in der Patentliteratur (DE-PS 863 342 und DE-AS 1 181 694) seine gelegentliche Auffrischung durch Zugabe von Alkalimetallverbindungen vorgeschlagen. Die Zugabe von Alkalimetall kann beispielsweise zusammen mit dem beim Dehydrierverfahren verwendeten Wasserdampf in Form von Kaliumcarbonat erfolgen (DE-PS 863 342).

In der Schrift DE-AS 118 194 existieren Hinweise auf eine Zugabe von Kaliumverbindungen nach einer Auffrischung des Katalysators mit Wasserdampf.

Die Vorschläge in der Patentliteratur geben keine Hinweise auf eine bevorzugte Realkalisierung der am stärksten kaliumverarmten oberen Schicht der Katalysatorschüttung, die den größten Beitrag zum Gesamtumsatz leistet. Durch die Gefahr einer annähernd gleichmäßigen Verteilung oder sogar einer überproportionalen Kaliumanreicherung im unteren Teil der Katalysatorschüttung, die ein geringeres Kaliumdefizit gegenüber dem Frischkatalysator aufweist, kann es zu durchsatzbegrenzenden Verschmutzungen und Verstopfungen nachfolgender Anlagenteile und/oder zu einer teilweisen Desaktivierung des Katalysators kommen. Weiterhin besteht bei der Anwendung der drei o.g. Patentschriften die Gefahr des Anstiegs des durchsatzbegrenzenden Druckverlustes über der Katalysatorschüttung durch eine teilweise Bildung eines „festen“ Verbundes zwischen mehreren Katalysatorsträngen.

Die aufgeführten Regenerierungsverfahren erschließen nicht sämtliche Effektivitätsreserven des Dehydrierungsverfahrens besonders hinsichtlich der Erzielung hoher Leistungsparameter der Katalysatoren über eine längere Einsatzdauer (Langzeitstabilität).

Ziel der Erfindung

Der Erfindung liegt das Ziel zugrunde, die effektive Einsatzzeit von Styrenkatalysatoren in einem Dehydrierungsreaktor, bestehend aus beheizbarem Rohrbündelteil und nachfolgendem Katalysatorbett, wesentlich zu verlängern und die angestrebte günstige Material- und Energieökonomie des Dehydrierungsverfahrens über einen längeren Zeitraum im Vergleich zu bisher bekannten Lösungen zu ermöglichen.

Darlegung des Wesens der Erfindung

Der Erfindung liegt die Aufgabe zugrunde, ein verbessertes Verfahren zur Regenerierung von kaliumpromotierten Dehydrierkatalysatoren auf der Basis von Eisenoxid für die Synthese von Styren aus Ethylbenzen, die mit zunehmender Einsatzdauer ein Kaliumdefizit aufweisen, in situ in einem beheizten Rohrbündelreaktor mit nachfolgendem Katalysatorbett durch Zugabe einer wäßrigen Lösung einer Kaliumionenverbindung zu entwickeln, daß auf Grund der positiven Beeinflussung der katalytischen Leistungsparameter zu einer höheren Langzeitstabilität des Katalysators führt und die Anreicherung der aufzubringenden Kaliumionenverbindung in der jeweils oberen Schicht der Katalysatorschüttung im Rohrbündelteil und im nachfolgenden Bett ermöglicht.

Die technische Aufgabe wird erfindungsgemäß gelöst, indem die Zugabe der Kaliumionenlösung bei einer Temperatur, die zwischen der mittleren Rohrbündeltemperatur während der Dehydrierreaktion und einer maximal 20 Kelvin höheren Temperatur gewählt wird, mit einem Kaliumionengehalt von 0,6 mol/l bis 4,0 mol/l simultan und portionsweise in 5 gleichen Teilen zum Katalysator im Rohrbündel und in 3 gleichen Teilen zum Katalysator in der nachfolgenden Schicht in einem Verhältnis von 20:1 bis 15:1 unter Einhaltung der Massenverhältnisse von insgesamt zugegebenen Kaliumionen zu Wasserdampf von 1:45 bis 1:20 und des von zugeführten Kaliumionen zu dem im Reaktor befindlichen Katalysator von 1:100 bis 1:40 erfolgt, wobei nach jeder portionsweisen Kaliumionenzugabe die Zufuhr von Wasserdampf halbstündig unterbrochen wird, woran sich nach Beendigung der Kaliumionenzugabe eine einstündige Behandlung des Katalysators bei der gewählten Regenerierungstemperatur und unterbrochener Wasserdampffzufuhr vor seiner schrittweisen Wiederbelastung mit Wasserdampf und Ethylbenzen anschließt.

Es ist überraschend, daß bei den gewählten Prozeßparametern eine bevorzugte Fixierung der zugeführten Kaliumionen in der jeweils oberen Schicht der Katalysatorschüttung im beheizten Rohrbündelreaktor, die sonst das größte Kaliumdefizit aufweist, und im nachfolgenden Katalysatorbett erfolgt.

Bei der Wahl der Kaliumverbindung muß beachtet werden, daß das entsprechende Anion bzw. seine Zersetzungsprodukte nicht als Katalysatorgifte wirken. Als besonders günstig erwiesen sich Kaliumhydroxid und Kaliumcarbonat.

Das gewählte Massenverhältnis von insgesamt zugegebenen Kaliumionen zu Wasserdampf von 1:45 bis 1:20 gewährleistet bei Einhaltung der übrigen Prozeßparameter überraschenderweise neben einer optimalen Regenerierung des Katalysators (u.a. teilweise Reoxydation des Eisenoxides sowie die Beseitigung von kohlenstoff- und kaliumhaltigen Ablagerungen) die gewünschte Fixierung der Kaliumionen jeweils überwiegend im oberen Teil der Katalysatorschüttung im Rohrbündelreaktor und im nachfolgenden Katalysatorbett.

Die insgesamt zugeführte Menge an Kaliumionen richtet sich nach der Einsatzdauer und des damit verbundenen Umfangs an Kaliumverarmung des Katalysators. Die Wahl des Massenverhältnisses von insgesamt zugeführten Kaliumionen zu dem im Reaktor befindlichen Katalysator aus dem Bereich von 1:100 bis 1:40 und des Verhältnisses von zugeführten Kaliumionen zum Katalysator im Rohrbündelreaktor und im nachfolgenden Bett erfolgt unter Berücksichtigung der erreichten katalytischen Leistungsparameter.

Mit der simultanen und portionsweisen Zugabe der Kaliumionenlösung und jeweils anschließender Temperaturbehandlung des Katalysators bei der gewählten Regenerierungstemperatur und unterbrochener Wasserdampffzufuhr gelingt überraschenderweise neben der sehr guten Fixierung der zugeführten Kaliumionen jeweils im oberen Teil der Katalysatorschüttung seine optimale Formierung.

Nach der Regenerierung schließt sich die schrittweise Belastung des Katalysators mit Wasserdampf und Ethylbenzen an. Vorteilhaft beginnt man mit Wasserdampf.

Die Zeitabstände zwischen zwei Regenerierungen richten sich nach den erreichten katalytischen Leistungsparametern (Umsatz und Selektivität) und dem Differenzdruck über der Reaktorlänge. Eine genaue zeitliche Vorgabe ist auf Grund der oftmals hinsichtlich des Chloridgehaltes schwankenden Qualität der Einsatzprodukte nicht möglich. Erfahrungsgemäß sollte die Regenerierung aber mehrmals in einem Betriebsjahr des Katalysators erfolgen.

Das Regenerierungsverfahren ist für alle kaliumpromotierten Dehydrierungskatalysatoren auf der Basis von Eisenoxid, die in einem beheizbaren Rohrbündelreaktorteil und einem nachfolgenden Katalysatorbett angeordnet sind, anwendbar. Die überraschenderweise gefundene sehr gute Fixierung der zugeführten Kaliumionen in der am stärksten kaliumverarmten oberen Schicht der Katalysatorschüttung im Rohrbündelreaktorteil, die den größten Beitrag zum Gesamtumsatz leistet, sowie die geringere Erhöhung des Kaliumionengehaltes des Katalysators im oberen Teil des nachfolgenden Katalysatorbettes bei Vermeidung umfangreicher Ablagerungen in den dem Reaktor nachfolgenden Anlagenteilen und der gleichzeitige optimale Regenerierungseffekt durch Wasserdampf wirkt der sonst beobachteten drastischen Abnahme der katalytischen Leistungsparameter bei zunehmender Einsatzdauer des Katalysators bei Aufrechterhaltung eines hohen Ethylbenzendurchsatzes entgegen. Die wesentlichen Vorteile des Verfahrens bestehen somit auf Grund der hohen Langzeitstabilität des Katalysators in einer deutlichen Steigerung der Styrenausbeute über seiner gesamten Einsatzdauer bei gleichzeitig sehr guter Material- und Energieökonomie des Dehydrierungsverfahrens.

Ausführungsbeispiele

Die Versuche erfolgen in einem Labordurchflußreaktor, der aus einem von außen beheizten Rohr sowie aus einem in Strömungsrichtung unmittelbar nachfolgenden Rohr besteht. Der Katalysator ruht in beiden Rohren jeweils auf Siebplatten. Die Zudosierung der Einsatzprodukte Ethylbenzen und Wasser erfolgt getrennt aus Vorratsgefäßen kontinuierlich über zwei Mikrodosierpumpen. Die Reaktanden werden verdampft und nach intensiver Vermischung auf die jeweilige Reaktoreintrittstemperatur erhitzt. Das den Reaktor verlassende gasförmige Reaktionsprodukt wird kondensiert, die flüssige Phase von gasförmigen Abprodukten abgetrennt und über ein Scheidegefäß in eine organische und eine wäßrige Phase getrennt. In regelmäßigen Zeitabständen erfolgt eine volumetrische Messung und eine gaschromatographische Analyse der gasförmigen Abprodukte und der organischen flüssigen Phase. Aus den Werten können Umsatz (Prozentsatz r_{es} umgewandelten Ethylbensens) und Selektivität zu Styren (Prozentsatz der Umsetzung von Ethylbenzen zu Styren) berechnet werden. Die Belastung des Katalysators beträgt $0,21 \text{ Ethylbenzen}/(1 \text{ Katalysator}) \times h$, die Katalysatortemperatur im von außen beheizten Rohr 570°C und das Massenmischungsverhältnis von Wasserdampf zu Ethylbenzen $1,2:1$. Die Zeitdauer des Katalysatortests umfaßt ca. 100 Stunden.

In Tabelle 1 sind die ermittelten katalytischen Leistungsdaten und in Tabelle 2 die Kaliumgehalte von zwei frisch hergestellten Katalysatoren mit denen der entsprechenden Altkatalysatoren, die eine Kaliumverarmung aufweisen, verglichen. Die Ergebnisse in Tabelle 1 dokumentieren die drastische Abnahme der katalytischen Leistungsdaten mit zunehmender Einsatzdauer und der damit verbundenen zunehmenden Kaliumverarmung der Katalysatoren. Die beiden frisch hergestellten Katalysatoren weisen folgende chemische Zusammensetzung auf (Masseanteil in %):

Katalysator 1

86,2% Eisenoxid (berechnet als Fe_2O_3)
8,7% Kalium (berechnet als K_2O)
3,8% Kalzium (berechnet als CaO)
1,3% Kupfer (berechnet als CuO)

Katalysator 2

88,5% Eisenoxid (berechnet als Fe_2O_3)
1,6% Chromium (berechnet als Cr_2O_3)
9,9% Kalium (berechnet als K_2O).

Der Einsatz des Katalysators 1 erfolgte im von außen beheizten Reaktorrohr, während Katalysator 2 in einem in Strömungsrichtung unmittelbar nachfolgenden Reaktorrohr eingesetzt wurde. Zur Charakterisierung der Kaliumverteilung über der jeweiligen Katalysatorschütthöhe nach erfolgter Regenerierung wurde sie nach Beendigung des katalytischen Tests im Falle des von außen beheizten Reaktionsrohres in annähernd vier gleiche Teile und im Falle des nachfolgenden Reaktionsrohres in annähernd 3 gleiche Teile geteilt. In Tabelle 2 sind die ermittelten Kaliumgehalte der Katalysatorstränge aus der jeweiligen oberen und unteren Schicht sowie die Kaliummenge in der wäßrigen Phase des Kondensates am Reaktorausgang angeführt.

Beispiel 1 (erfindungsgemäß)

In diesem Beispiel erfolgte die Regenerierung der beiden Altkatalysatoren 1 und 2, die einen Kaliumionengehalt (Angaben in Masseanteil in %) von 3,8 und 8,7% (berechnet als K_2O) aufweisen bei 580°C in der Art, daß die Zugabe der Kalilauge mit einem Kaliumionengehalt von $2,1 \text{ mol/l}$ simultan und portionsweise in 5 gleichen Teilen zum Katalysator im beheizten Reaktorrohr und in 3 gleichen Teilen zum Katalysator im nachfolgenden zweiten Reaktorrohr in einem Verhältnis von $17:1$ unter Einhaltung der Massenverhältnisse von insgesamt zugegebenen Kaliumionen zu Wasserdampf von $1:35$ und des von insgesamt zugeführten Kaliumionen zu dem im Reaktor befindlichen Katalysator von $1:80$ erfolgt, wobei nach jeder portionsweisen Kaliumionenzugabe die Wasserdampfzufuhr halbstündig unterbrochen wurde. Daran schloß sich eine einstündige Temperbehandlung der Katalysatoren bei der gewählten Regenerierungstemperatur und unterbrochener Wasserdampfzufuhr vor ihrer schrittweisen Wiederbelastung mit Wasserdampf und Ethylbenzen bei 570°C zur Ermittlung der katalytischen Leistungsparameter an. Die Ergebnisse in Tabelle 1 und 2 bestätigen, daß die sehr gute Fixierung der zugeführten Kaliumionen jeweils im oberen Teil der Katalysatorschüttung zu einer deutlichen Verbesserung der katalytischen Leistungsparameter führt.

Beispiel 2 (erfindungsgemäß)

In diesem Beispiel erfolgte die Regenerierung der beiden Altkatalysatoren analog zu Beispiel 1 bei 590°C mit Kalilauge (Kaliumionengehalt: $3,9 \text{ mol/l}$), wobei der Volumenstrom der Kalilauge im Verhältnis von $20:1$ simultan und portionsweise auf die Katalysatoren im beheizten Reaktorrohr und im nachfolgenden zweiten Reaktorrohr unter Einhaltung der Massenverhältnisse von insgesamt zugegebenen Kaliumionen zu Wasserdampf $1:45$ und des von insgesamt zugeführten Kaliumionen zu dem im Reaktor befindlichen Katalysator von $1:40$ geleitet wird. Nach jeder portionsweisen Kaliumionenzugabe

wurde die Wasserdampfzufuhr halbstündig unterbrochen. Daran schloß sich eine einstündige Temperbehandlung der Katalysatoren bei der gewählten Regenerierungstemperatur und unterbrochener Wasserdampfzufuhr an. Neben einer Verbesserung der bei 570°C ermittelten katalytischen Leistungsparameter beobachtet man eine Zunahme des Kaliumionengehaltes im unteren Teil der Katalysatorschüttung im beheizten Reaktorrohr und der Kaliumionenmenge in der wäßrigen Phase des Kondensates.

Beispiel 3 (erfindungsgemäß)

Die beiden Altkatalysatoren 1 und 2 wurden bei 570°C mit einer wäßrigen Lösung von Kaliumcarbonat (Kaliumionengehalt: 0,6 mol/l) regeneriert, wobei der Volumenstrom der Kaliumsalzlösung in einem Verhältnis von 15:1 simultan und portionsweise in 5 gleichen Teilen zum Katalysator im beheizten Reaktorrohr und in 3 gleichen Teilen zum Katalysator im nachfolgenden zweiten Reaktorrohr unter Einhaltung der Massenverhältnisse von insgesamt zugegebenen Kaliumionen zu Wasserdampf von 1:20 und des von insgesamt zugeführten Kaliumionen zu dem im Reaktor befindlichen Katalysator von 1:100 geleitet wird. Nach jeder portionsweisen Kaliumionenzugabe wurde die Wasserdampfzufuhr halbstündig unterbrochen. Daran schloß sich nach der letzten Kaliumionenzugabe eine einstündige Temperbehandlung der Katalysatoren bei 570°C und unterbrochener Wasserdampfzufuhr an. Die beobachtete Verbesserung der katalytischen Leistungsparameter fällt im Vergleich zu den Ergebnissen im Beispiel 2 etwas geringer bei deutlicher Abnahme der Kaliumionenmenge in der wäßrigen Phase des Kondensates aus.

Beispiel 4 (nicht erfindungsgemäß)

Die Regenerierung der beiden Altkatalysatoren 1 und 2 erfolgte bei 610°C mit Kalilauge (Kaliumionengehalt 6,2 mol/l) unter Einhaltung der Massenverhältnisse von insgesamt zugegebenen Kaliumionen zu Wasserdampf von 1:65 und des von insgesamt zugeführten Kaliumionen zu dem im Reaktor befindlichen Katalysator von 1:35. Unmittelbar nach der Kaliumionenzufuhr begann die Wiederbelastung des Katalysators mit Wasserdampf und Ethylbenzen. Man beobachtet u. a. eine starke Neigung zur Bildung von Aggregaten durch die vorher einzel vorliegenden Katalysatorstränge.

Beispiel 5 (erfindungsgemäß)

Unter Verwendung der Bedingungen von Beispiel 1 erfolgte zusätzlich zu der Bestimmung der katalytischen Leistungsparameter nach 100 Stunden Belastung auch die nach 700 Stunden. Die erfindungsgemäß regenerierten Katalysatoren weisen eine gute katalytische Langzeitstabilität auf.

Tabelle 1: Zusammenfassung der katalytischen Ergebnisse

Katalysatoren	2. Rohr	Bei- spiel	Umsatz in Stoffmengenanteil in %	Selektivität in Stoffmengenanteil in %
1. Rohr				
Frischkatalysator 1	Frischkatalysator 2	—	51,8	93,2
Altkatalysator 1	Altkatalysator 2	—	40,8	88,1
Altkatalysator 1	Altkatalysator 2	1	45,0	92,1
Altkatalysator 1	Altkatalysator 2	2	44,6	93,0
Altkatalysator 1	Altkatalysator 2	3	43,9	91,8
Altkatalysator 1	Altkatalysator 2	4	41,5	89,8
Altkatalysator 1	Altkatalysator 2	5	44,7	92,7

Tabelle 2: Zusammenfassung der chemischen Analysen hinsichtlich Kaliumionen

Bei- spiel	Kaliumionengehalt der Katalysatoren in Masseanteil in %				Kaliummenge in der wäßrigen Phase des Kondensates in mmol
	1. Rohr		2. Rohr		
	obere Schicht	untere Schicht	obere Schicht	untere Schicht	
1	8,4	3,9	9,4	8,7	1,3
2	12,0	4,1	9,9	8,8	4,0
3	7,8	3,9	9,3	8,7	1,1
4	7,6	6,6	10,7	9,9	32,8
5	8,3	4,0	9,4	8,7	1,6

a) berechnet als K₂O