

Marsburg

I.G. FARBENINDUSTRIE AKTIENGESELLSCHAFT

-8 NOVEMBER 1943

Ludwigshafen/Rh., den 14. Oktober 1943
Hb/Wg.

Unser Zeichen: O.Z. 14 429.

Verfahren zur Herstellung von hochporösen, Kieselsäure
und Aluminiumoxyd oder Magnesiumoxyd oder beide ent-
haltenden Massen.

Zusatz zu Patent (Patentanmeldung I 70 028 IVb/12 i).

Gegenstand des Hauptpatents (Patentanmeldung I:70 028 IVb/12 i) und des Zusatzpatents (Patentanmeldung I. (vom 11.10.1943)) ist die Herstellung von hochporösen, Kieselsäure- und Aluminiumoxyd oder Magnesiumoxyd oder beide enthaltenden Massen von grosser Festigkeit, die als Katalysatoren, insbesondere zur Spaltung von Kohlenwasserstoffölen in der Dampfphase, geeignet sind, wobei ein bis auf 10 bis 50 %, vorzugsweise 20 bis 40 %, Feuchtigkeitsgehalt getrocknetes Kieselgel, das so weit vermahlen ist, dass mindestens 70 % durch ein Sieb mit 10 000 Maschen je cm^2 bzw. 90 % durch ein Sieb mit 100 Maschen je cm^2 hindurchgehen, aber auf einem Sieb von 10 000 Maschen je cm^2 zurückbleiben und ein ebensoweit getrocknetes und gemahlene und mit geringen Säuremengen peptisiertes Aluminiumhydroxyd bzw. Magnesiumhydroxyd miteinander innig gemischt werden, gegebenenfalls unter Zugabe geringer Wassermengen, und das Gemisch dann geformt und getrocknet wird.

Im Zusatzpatent (Patentanmeldung I. (vom 11.10.1943)) ist dargelegt, dass man die Ausgangsstoffe auch in gröber gemahlenem Zustand, aber soweit zerkleinert verwenden kann, dass mindestens 90 % davon durch ein Sieb von 100 Maschen je cm^2 hindurchgehen, die im wesentlichen auf einem Sieb von 10 000 Maschen je cm^2 zurückbleiben.

Es wurde nun gefunden, dass man Katalysatoren von besonders hoher Wirksamkeit und von besonders grosser mechanischer Festigkeit erhält, wenn man ihre Herstellung in der oben beschriebenen Weise mit der Abänderung durchführt, dass man das getrocknete und gemahlene Kieselgel mit dem getrockneten und gemahlene Aluminiumhydroxyd

und bzw. oder Magnesiumhydroxyd, gegebenenfalls unter Zusatz von Wasser, innig miteinander mischt, ohne das Hydroxyd bzw. die Hydroxyde vorher einer Peptisation mit Säure unterworfen zu haben.

Die Masse wird etwa folgendermassen hergestellt: Die Kieselgallerte und das Aluminiumhydroxyd bzw. Magnesiumhydroxyd werden, nachdem sie bis auf den erwähnten Wassergehalt getrocknet sind, jedes für sich in einer Zerkleinerungsmaschine, z.B. Kugelmühle oder dgl., so weit vermahlen, dass etwa 90 % davon durch ein Sieb von 100 Maschen je cm^2 hindurchgehen, aber auf einem Sieb von 10 000 Maschen je cm^2 zurückbleiben. Das gemahlene Aluminium- bzw. Magnesiumhydroxyd wird mit dem gemahlene Kieselgel in einem Knetter, zweckmässig im Molverhältnis von Al_2O_3 und bzw. oder $\text{MgO} : \text{SiO}_2$ wie 1 : 9, unter Wasserzusatzen zu einem gleichmässigen Teig innig vermischt. Um eine gute Homogenisierung zu erreichen, wird das Kneten längere Zeit, mindestens 1 Stunde, aber nicht länger als 15 Stunden, fortgesetzt.

Die nach genügendem Kneten entstandene Masse kann wie die nach dem Hauptpatent erhaltene in jede beliebige Form, z.B. Kugel-, Würfelform und dgl., gebracht werden. Die Formlinge trocknen rasch ohne Schrumpfung und Rissbildung, und man erhält eine Masse von sehr hoher Festigkeit.

~~Ein wesentlicher Vorteil des vorliegenden Verfahrens besteht darin, dass man die danach hergestellten aktiven Massen in feuchtem Zustand vor dem Verformen ohne weiteres mehrere Stunden lang lagern kann, ohne dass sie erstarren, was die Herstellung sehr erleichtert.~~

~~Ausserdem gestaltet sich das Trocknen der nach dem vorliegenden Verfahren hergestellten Formlinge sehr viel günstiger und einfacher, da die langsame, z.B. stufenweise Trocknung nicht nötig ist, sondern gleich bei höherer Temperatur, z.B. bei 450 bis 500°, rasch getrocknet werden kann, ohne dass Rissbildung eintritt.~~

Da nach vorliegendem Verfahren die Herstellung der Katalysatoren ohne Verwendung von Säuren vor sich geht, können sowohl die Misch- als auch Trockenvorrichtungen aus üblichen,

nicht säurebeständigen Werkstoffen bestehen.

Beispiel.

16,3 kg eines Aluminiumhydroxyds mit einem Wassergehalt von 30 % werden so fein gemahlen, dass 90 % davon durch ein Sieb mit 100 Maschen je cm^2 hindurchgehen, aber auf einem Sieb von 10 000 Maschen je cm^2 zurückbleiben. Dieses Pulver wird mit 85 kg eines auf die gleiche Siebfeinheit gemahlene Kieselgels, das einen Wassergehalt von 28,8 % aufweist, unter Zusatz von 80 Liter Wasser in einem eisernen Knetter 1 Stunde lang verknetet und die entstandene Masse nach dem Formen sofort durch Behandlung mit heisser Luft bei 450 bis 500° innerhalb von 4 Stunden getrocknet. Die entstandenen porzellanartigen Körper besitzen eine hohe mechanische Festigkeit.

Leitet man über diesen Katalysator bei 410° ein ostmärkisches Erdöl mit den Siedegrenzen 200 bis 400°, so wird bei einem Durchsatz von 1,5 Liter Öl je Liter Katalysator und Stunde eine Spaltung von 65 Gew.% erreicht. Diese 65 Gew.% bestehen (bezogen auf den Ausgangsstoff) aus 46 Gew.% Benzin, 15 Gew.% Treibgas, 2 Gew.% sonstigem Gas und 2 Gew.% Koks. Die verbleibenden 35 Gew.% sind oberhalb 200° siedende Öle.

Patentanspruch.

Abänderung des Verfahrens zur Herstellung von hochporösen, Kieselsäure und Aluminiumoxyd oder Magnesiumoxyd oder beide enthaltenden Massen nach Patent (Patentanmeldung I 70 028 IVb/12 i) und Zusatzpatent (Patentanmeldung I. (vom 11.10.1943)), dadurch gekennzeichnet, dass man das Vermischen des Aluminiumhydroxyds und bzw. oder Magnesiumhydroxyds mit dem Kieselgel ohne vorherige Peptisation mit Säure vornimmt.

I.G. FARBENINDUSTRIE AKTIENGESELLSCHAFT