



DEUTSCHES REICH
REICHSPATENTAMT, ZWEIGSTELLE ÖSTERREICH
PATENTSCHRIFT NR. 158997

RUHRCHEMIE AKTIENGESELLSCHAFT IN OBERHAUSEN-HOLTEN.

Verfahren zur Herstellung von Katalysatoren.

Angemeldet am 26. März 1937; Priorität der Anmeldung im Deutschen Reich vom 1. April 1936 beansprucht.
Beginn der Patentdauer: 15. Dezember 1939.

Bei der großtechnischen Herstellung von Benzinen aus Kohlenoxyd und Wasserstoff finden als Katalysatoren Metalle der Eisengruppe, wie z. B. Eisen, Kobalt oder Nickel, Verwendung. Man pflegt sie zur Vergrößerung der katalytisch wirksamen Oberfläche auf Kieselgur niederzuschlagen.

Die Herstellung derartiger Katalysatoren bereitet gewisse Schwierigkeiten, da die als Trägermasse zu verwendende Kieselgur in Berührung mit sauren und alkalischen Substanzen stets lösliche Bestandteile abgibt, welche die katalytische Wirkung der obengenannten Metalle nachteilig beeinflussen. So geht beispielsweise bei der Zugabe von Kieselgur zur alkalischen Fällungslösung der Katalysatormetalle ein Teil der Kieselsäure als Alkalisilikat in Lösung. Hiedurch setzen sich die Schwermetallsalze teilweise zu unlöslichen, nicht mehr zu Metall reduzierbaren Schwermetallsilikaten um, wodurch die Aktivität des Katalysators wesentlich herabgesetzt wird.

Es wurde nun gefunden, daß man diese Nachteile bei der Herstellung von Benzinsynthesekatalysatoren dadurch vermeiden kann, daß als Trägersubstanzen kieselensäurehaltige Verbindungen verwendet werden, deren lösliche Bestandteile so weit herausgelöst oder unlöslich gemacht worden sind, daß während der Ausfüllung der Katalysatormetalle keine nennenswerten Mengen an löslichen Bestandteilen in die zu fallende Lösung hineingelangen. Nach einer weiteren Ausführungsform des erfindungsgemäßen Verfahrens werden die Trägersubstanzen erst dann in die Metallsalzlösung eingebracht, wenn die Ansäuerung der katalytisch wirksamen Stoffe vollständig oder fast vollständig beendet ist. Die auf diese Weise erzielte Abkürzung der Zeit, während welcher die Trägersubstanzen mit der sauren oder alkalischen Lösung in Berührung sind, wirkt sich in günstiger Weise aus.

Den Zustand, in dem die erfindungsgemäß zu verwendenden kieselsturehaltigen Träger benutzt werden sollen, kann man auf verschiedene Weise erreichen. Entweder werden die Ausgangssubstanzen mit Alkalien oder Säuren vorbehandelt oder man unterwirft dieselben einem Glühprozeß, wobei Endtemperaturen von annähernd 1000 bis 1100° Anwendung finden. Auf diese Weise werden die Trägersubstanzen weitgehend von ihren löslichen und für die Katalysatorherstellung unerwünschten Bestandteilen befreit.

In manchen Fällen kann es vorteilhaft sein, wenn das verwandte Trägermaterial zuerst gegläht wird, um es unlöslich zu machen, worauf die in Säure löslichen Anteile aus ihm herausgelöst werden.

Um eine Vergrößerung der wirksamen Trägersubstanzoberfläche zu erzielen, kann das Trägermaterial vorher mit feinverteilten organischen Stoffen, wie z. B. Holzbrei, Zellstoff usw., vermischt werden. Die zugemischten organischen Substanzen werden anschließend herausgebrannt, wobei gleichzeitig das Trägermaterial in den gewünschten unlöslichen Zustand übergeführt wird. Auch die derart hergestellten Trägersubstanzen sind im allgemeinen in alkalischen Lösungen nicht völlig unlöslich. Es empfiehlt sich daher, zur Vermeidung von Katalysatorschädigungen die Trägermassen erst dann der Metallsalzlösung zuzusetzen, wenn die Fällung der katalytisch wirksamen Metalle fast beendet ist und die Fällungslösung nur noch schwach alkalisch reagiert.

Das vorstehend beschriebene Verfahren stellt einen wesentlichen technischen Fortschritt dar. Man hat bisher oft versucht, kieselensäurehaltige Träger, die den Nachteil besaßen, durch Bildung von Schwermetallsilikaten die Katalysatoraktivität zu schädigen, durch andere Substanzen zu ersetzen. Es wurde z. B. versucht, Katalysatoren mit Hilfe von Graphit herzustellen, die außerdem den Vorteil einer hohen Wärmeleitfähigkeit besitzen. Hierbei konnte jedoch niemals die gute katalytische Wirkung von kieselensäurehaltigen Trägern, insbesondere von Kieselgur, erreicht werden. Das erfindungsgemäß

beschriebene Verfahren gibt nunmehr die Mittel an, durch deren Verwendung die bisher als besonders gut wirksam erkannten kiesel-säurehaltigen Träger (z. B. Kieselgur) für die Bereitung von zur Kohlenoxydhydrierung geeigneten Kontaktsubstanzen derart verbessert werden können, daß keine Schädigung der Katalysatoraktivität mehr zu befürchten ist.

PATENT-ANSPRÜCHE:

- 5 1. Verfahren zur Herstellung von Katalysatoren für die katalytische Umwandlung von Kohlenoxyd-Wasserstoffgemischen durch Ausfällung der katalytisch wirksamen Stoffe aus deren Lösungen in Gegenwart von Trägersubstanzen, dadurch gekennzeichnet, daß man als Trägersubstanzen kiesel-säurehaltige Verbindungen verwendet, deren lösliche Bestandteile entweder soweit herausgelöst oder
10 soweit unlöslich gemacht worden sind, daß während der Ausfällung der katalytisch wirksamen Stoffe keine nennenswerten Mengen an löslichen Bestandteilen in die zu fällende Lösung hineingelangen.
2. Ausführungsform des Verfahrens nach Anspruch 1, dadurch gekennzeichnet, daß zwecks Abkürzung der Verweilzeit der Trägersubstanzen in der sauren oder alkalischen Lösung der katalytisch wirksamen Stoffe die Trägersubstanzen erst dann in die Lösung eingebracht werden, wenn die Ausfällung der katalytisch wirksamen Stoffe vollständig oder fast beendet ist.