SCHWEIZERISCHE EIDGENOSSENSCHAFT

# EIDGEN. AMT FÜR



### **GEISTIGES EIGENTUM**

## **PATENTSCHRIFT**

Veröffentlicht am 1. August 1939



478

Gesuch eingereicht: 3. März 1938, 19 Uhr. — Patent eingetragen: 31. Mai 1939.

### HAUPTPATENT

DEUTSCHE GOLD- & SILBER-SCHEIDEANSTALT VORM. ROESSLER, Frankfurt a. M. (Deutschland).

Verfahren zur Durchführung katalytischer Reaktionen mit Kohlenoxyd und Wasserstoff.

Es ist bekannt, für die Herstellung von Methanol aus Kohlenoxyd und Wasserstoff Zinkoxyd als Katalysator zu verwenden. Um die Wirksamkeit des Kontaktes zu verbessern, hat man Zinkoxyd in Form von Mischkontakten mit andern Metalloxyden, z. B. Chromoxyd, angewandt. Weiter ist als Kontakt für die Methanolsynthese das in der Natur vorkommende. Zinkkarbonat bekannt. Obwohl dieser Katalysator an sich gute Eignung zeigt, handelt es sich hier doch nur um ein streckenweise vorkommendes Material, das der Technik nicht überall in unbeschränktem Maße zur Verfügung steht.

Es wurde nun gefunden, daß für die Durchführung katalytischer Umsetzungen mit Kohlenoxyd und Wasserstoff, insbesondere bei der Methanolsynthese, sich ein neutrales Zinkkarbonat besonders eignet, das aus einer Zinksalzlösung mittels eines löslichen Karbonats bei niedriger Temperatur in amorpher Form ausgefällt und unter der

Mutterlauge bei niedriger Temperatur einer Alterung unterworfen worden ist, bis der amorphe Niederschlag kristalline Struktur angenommen hat. Bei der Herstellung eines solchen Katalysators geschieht die Ausfällung zweckmäßig aus möglichst verdünnten Ausgangslösungen. Ferner ist es vorteilhaft, den Alterungsprozeß möglichst langsam vor sich gehen zu lassen. Als Ausgangslösung verwendet man zweckmäßig eine möglichst schwache Lösung von Zinksulfat, als Fällmittel Alkalibikarbonat, insbesondere aber Kaliumkarbonat. Während der Herstellung des Katalysators trägt man Sorge, daß die Lösung mit Kohlendioxyd gesättigt bleibt.

Einen für die Methanolsynthese besonders geeigneten Kontakt erhält man beispielsweise wie folgt:

Zu 700 cm<sup>3</sup> einer auf 3 ° abgekühlten <sup>1</sup>/<sub>10</sub> molaren Zinksulfatlösung werden 300 cm<sup>3</sup> einer mit CO<sub>2</sub> gesättigten, ebenfalls gekühlten molaren Kaliumbikarbonatlösung unter

Rühren zugegeben. Es bildet sich ein voluminöser Niederschlag. Nun läßt man das Ganze bei Temperaturen unter 10° zunächst 3—4 Tage und dann noch 2—3 Tage bei etwa 20° stehen, so daß sich der voluminöse Niederschlag in einen feinkristallinen Bodensatz verwandelt. Die Kristalle werden mit Wasser dekantiert und dann auf dem Filter bis zur Sulfatfreiheit gewaschen. Nach dem Trocknen bei Zimmertemperatur oder bei 130° wird das Material in den Kontaktraum eingebracht und gegebenenfalls nach dem Kalzinieren das Synthesegemisch übergeleitet.

Es ist natürlich auch möglich, den bei dem erfindungsgemäßen Verfahren zu verwendenden Kontakt in Tabletten oder sonstige Preßlinge zu verpressen. Wie festgestellt wurde, besitzen gerade solche Preßlinge eine besonders hohe mechanische Festigkeit. Das Verpressen kann vor oder nach dem Kalzinieren erfolgen. Die Kontakte können als solche oder zusammen mit andern katalytisch wirkenden Substanzen, wie z. B.

Metalloxyden oder Metallen, verwendet wer-

#### PATENTANSPRUCH:

Verfahren zur Durchführung katalytischer Reaktionen mit Kohlenoxyd und Wasserstoff, wie z.B. der Methanolsynthese, gekennzeichnet durch die Verwendung von neutralem Zinkkarbonat, das durch Ausfällen aus einer Zinksalzlösung mittels eines löslichen Karbonats bei niedriger Temperatur in amorpher Form gewonnen und unter der Mutterlauge bei niedriger Temperatur gealtert worden ist, bis der Niederschlag kristalline Struktur angenommen hat, als Katalysator.

#### UNTERANSPRUCH:

Verfahren nach Patentanspruch, dadurch gekennzeichnet, daß das zu verwendende Zinkkarbonat durch Ausfällen mittels Alkalibikarbonat gewonnen wurde.

DEUTSCHE GOLD-& SILBER-SCHEIDEANSTALT VORM. ROESSLER.

Vertreter: Eugen GREMLI, Zürich.