

R 100 366 IVd/12o  
Angemeldet: 27.9.1937.

A II a  
A II c

Verfahren zur Herstellung von Kobalt-Magnesium-Katalysatoren für die Umsetzung von Kohlenoxyd-Wasserstoff-Gemischen.

Für die Synthese von Benzinkohlenwasserstoffen aus Kohlenoxyden und Wasserstoff haben sich Katalysatoren, die außer Kobalt einen Gehalt an Magnesium aufweisen und gegebenenfalls durch Thorium oder andere Zusätze aktiviert sind, als besonders wirksam erwiesen. Sie zeichnen sich durch eine hohe Lebensdauer aus und lassen sich ohne Nachlassen der katalytischen Wirkung über eine lange Zeitperiode benutzen, ohne daß etwa eine Steigerung der Temperatur oder eine Regenerierung des Katalysators notwendig wird.

Werden für die Herstellung von Kobalt-Magnesium-Katalysatoren beispielsweise Lösungen der Nitrate oder Chloride der beiden Metalle, die diese in dem Verhältnis aufweisen wie der herzustellende Katalysator, mit Alkalicarbonaten ausgefällt, so benötigt die Ausfällung des gesamten Magnesiums eine verhältnismäßig lange Zeit. Durch das längere Verweilen des ausgefällten Kobalts in der Fällungslösung treten Alterungserscheinungen auf, die die Oberflächenusbildung dieses Hauptanteils des herzustellenden Katalysators ungünstig beeinflussen. Kürzt man jedoch zwecks Vermeidung dieses Nachteils die Fällungsdauer ab, so enthält der ausgefällte Katalysator nicht die zur Auslösung der vollen Wirksamkeit des Kobalts benötigte Menge Magnesium.

Es wurde nun erkannt, daß hervorragend brauchbare Kobalt-Magnesium-Katalysatoren erhalten werden, wenn unter Verwendung von Lösungen der Nitrate oder Chloride von Kobalt und Magnesium eine Magnesiumlösung verwandt wird, deren Magnesiumgehalt größer ist, als dem stöchiometrischen Verhältnis von Magnesium : Kobalt in dem herzustellenden Katalysator entspricht. Durch die erfindungsgemäße Arbeitsweise gelingt die Fällung eines Katalysators aus einer gemeinsamen Lösung der Chloride oder Nitrate des Kobalts und Magnesiums, die der genannten Forderung entspricht, in einer so kurzen Zeit, daß

eine schädliche Veränderung des ausgefallenen Kobaltcarbonats nicht eintritt. Das erfindungsgemäße Verfahren kann auch in der Weise durchgeführt werden, daß Magnesium zunächst <sup>für sich</sup> aus einer Lösung ausgefällt wird, die das Magnesium in einer größeren Menge enthält, als dem stöchiometrischen Verhältnis von Magnesium : Kobalt in dem herzustellenden Katalysator entspricht. Die Menge des Magnesiums wird hierbei so bemessen, daß für die Fällung aus siedender Lösung eine Zeit von etwa 1 - 3 Minuten belassen wird. Hierauf wird die für den Katalysator benötigte Kobaltmenge in der gleichen Lösung auf das bereits ausgefällte Magnesium aufgefällt. Der Niederschlag wird unmittelbar nach der Ausscheidung und nach Zugabe des Trägermaterials abfiltriert.

Durch Abstimmung des Magnesiumüberschusses kann die Wirksamkeit des herzustellenden Katalysators genau eingeregelt werden. Beispielsweise kann ein Überschuß von 25 - 75% Magnesium in der Fällungslösung verwandt werden. Jedoch genügt schon ein Überschuß von rund 10%. Sowohl bei der gemeinsamen wie bei der aufeinanderfolgenden Ausfällung des Magnesiums und Kobalts, bei der jedoch immer auf eine möglichst kurze Verweilzeit des Kobaltniederschlages in der Lösung zu achten ist, werden ausgezeichnet brauchbare Kobalt-Magnesium-Katalysatoren erhalten.

Das erfindungsgemäße Verfahren wird durch die nachfolgenden Beispiele erläutert.

#### Beispiel 1.

Eine Lösung, die 24,91 g Co in Form des Nitrats und 3,97 g MgO gleichfalls in Form des Nitrats und somit 16 Teile MgO auf 100 Teile Co aufweist, wird in der Siedehitze mit ca. 10%-iger Natriumcarbonatlösung gefällt, wozu insgesamt 1 - 2 Minuten gebraucht werden. Hierauf wird die benötigte Menge an Trägermaterial eingebracht und unmittelbar abfiltriert. Es wird ein Niederschlag erhalten, der neben dem gesamten Co 2,42 g MgO, d.h. 9,75 Teile MgO auf 100 Teile Co, enthält.

#### Beispiel 2.

Aus 2 l Magnesiumnitratlösung, die insgesamt 150 g MgO enthält, wird durch Eintragen in 30 l siedender, ca. 10%-iger Sodalösung im Laufe von ca. 1 - 2 Minuten der größere Teil des Mg in Form des Carbonats ausgefällt. Nach dieser Zeit werden in die am Sieden erhaltene Lösung im Laufe von ca. 1 - 2 Minuten 10 l Kobaltnitratlösung gegeben, die insgesamt 1 kg

Kobalt enthält. Hierauf wird das benötigte Trägermaterial hinzugesetzt und unmittelbar heiß filtriert. Der Niederschlag enthält auf 100 Teile Kobalt 11,9 Teile Magnesiumoxyd. Von der in der verwandten Magnesiumnitratlösung enthaltenen Menge MgO sind somit ca. 80% in den erhaltenen Niederschlag übergegangen.

P a t e n t a n s p r u c h .

Verfahren zur Herstellung von für die katalytische Umsetzung von Kohlenoxyd-Wasserstoff-Gemischen zu verwendenden Kobalt-Magnesium-Katalysatoren, durch gemeinsame oder aufeinanderfolgende Fällung des Magnesiums und Kobalts aus der Lösung ihrer Nitrate oder Chloride, gekennzeichnet durch die Anwendung einer Magnesiumlösung, die einen größeren Gehalt an Magnesium aufweist, als dem stöchiometrischen Verhältnis von Magnesium : Kobalt in dem herzustellenden Katalysator entspricht.