

3042-161



30/4.02

# I. G. FARBENINDUSTRIE AKTIENGESELLSCHAFT

Erfinder:

*Dr. Theobald*

151002583

Unser Zeichen: O.Z.13043.

Ludwigshafen a.Rh., den 14. Oktober 1941  
Hb/R.

## Verfahren zur Herstellung von formfesten Katalysatoren oder Adsorptionsmitteln.

Um aus pulverförmigen, insbesondere anorganischen Stoffen feste Katalysatoren oder Adsorbentien von bestimmter Gestalt und Grösse zu erhalten, werden gewöhnlich die feingemahlten Ausgangsstoffe, wie z.B. Tonerde, Ferrioxyd, Bleicherden, Kaolin u.dgl., mittels Tablettier- oder Pillenpressen zu Formlingen gepresst. Dieses Verfahren lässt sich aber nicht in allen Fällen anwenden, da man hierbei hohe Pressdrucke anwenden muss, was Strukturänderungen bewirkt, die die katalytische Wirksamkeit schädlich beeinflussen. Ausserdem hat das Verfahren den Nachteil, dass man bei der Herstellung der Formlinge meist ein Gleitmittel, wie z.B. Graphit, anwenden muss, sodass der Katalysator durch einen Fremdkörper verunreinigt wird.

Ferner kann man zur Verfestigung von Katalysatoren dem pulverförmigen Ausgangsstoff als Bindemittel ein kolloides Metallhydroxyd, z.B. kolloides Aluminiumhydroxyd, zufügen. Da aber letzteres durch Fällen aus einem Metallsalz gewonnen und mit geringen Mengen einer Säure peptisiert wurde, tritt beim Trocknen des Katalysators infolge des Verflüchtigens des Peptisationsmittels eine Lockerung des Formkörpers ein. Ein weiterer Nachteil dieser "chemischen Peptisation" ist der, dass sich zur Herstellung des kolloiden

Metallhydroxyds nur frisch zubereitetes, nicht-gealtertes Hydroxyd verwenden lässt.

Es wurde nun gefunden, dass sich diese Nachteile beseitigen lassen, wenn man einen Teil des zur Herstellung des Katalysators zu verwendenden festen Stoffes bis zur kolloiden Feinheit vermahlt, ihn feucht mit dem anderen, weniger fein gemahlten Teil vermischt und das Gemisch formt und erhitzt. Es ist zweckmässig, den nicht-kolloiden Anteil mindestens so fein zu mahlen, dass der grösste Teil, z.B. 80% davon, durch ein Sieb mit 10 000 Maschen je qcm hindurchgeht. Der kolloide Anteil, der 3 bis 50%, vorzugsweise 10 bis 20%, der Gesamtmenge der zur Herstellung des Katalysators dienenden Feststoffe ausmacht, wirkt hierbei als verbindender Kitt zwischen den einzelnen Katalysatorteilchen und verankert diese so fest miteinander, dass keine Spannungen und daher keine Risse innerhalb der einzelnen Formstücke auftreten.

Diese Arbeitsweise, bei der eine rein "mechanische Peptisation" stattfindet, bedeutet gegenüber der "chemischen Peptisation" eine Arbeitsvereinfachung und damit eine Einsparung an Zeit. Ein Auflockern der Katalysatormasse beim Trocknen tritt nicht ein, da keine Peptisationsmittel ausgetrieben werden. Zur "mechanischen Peptisation" kann auch ein gealtertes Hydroxyd Verwendung finden.

Die nach vorliegendem Verfahren hergestellten Katalysatoren liegen als feste Stücke von beliebiger Form vor, z.B. als Würfel, Kugeln oder Stäbchen u.dgl., und zeichnen sich durch besonders hohe mechanische Festigkeit aus. Während ein nach den bekannter Arbeitsweisen, z.B. aus Aluminiumoxyd, hergestellter Katalysator eine Druckfestigkeit von 0,74 kg je qmm besitzt, hält ein nach vor

liegendem Verfahren aus dem gleichen Ausgangsstoff hergestellter Katalysator einen Druck von 2,6 kg je qmm aus.

Die auf die vorstehend beschriebene Weise hergestellten Katalysatoren können als Katalysatoren oder als Katalysatorträger bei der katalytischen Umwandlung kohlenstoffhaltiger Stoffe, z.B. beim Dehydrieren, Aromatisieren, Polymerisieren, Isomerisieren von Kohlenwasserstoffen oder bei der spaltenden, raffinierenden oder aromatisierenden Druckhydrierung von Kohlen, Teeren und Mineralölen, ferner bei <sup>der</sup> Dehydratisierung ein- oder mehrwertiger Alkohole zu ungesättigten Kohlenwasserstoffen, benutzt werden. Weiter finden die so verformten Katalysatoren, z.B. Bleicherde, Verwendung bei zahlreichen Adsorptions- und Reinigungsverfahren, z.B. der Trocknung und Reinigung von Gasen und Flüssigkeiten, zur Raffination von tierischen, pflanzlichen und mineralischen Ölen, zur Entfernung von Nikotin und anderen Giftstoffen aus Tabakrauch usw. Nach dem vorliegenden Verfahren verformtes Eisenoxyd kann u.a. als Katalysator bei der Synthese von Kohlenwasserstoffen, Aldehyden, Alkoholen u.dgl. aus Kohlenoxyd und Wasserstoff Anwendung finden.

#### Beispiel 1.

740 Gewichtsteile eines durch Trocknen von gefällttem Aluminiumhydroxyd erhaltenes und feinstgemahlenes Pulver, von solcher Korngrösse, dass 80% durch ein Sieb mit 10000 Maschen je qcm geht mit einem Feuchtigkeitsgehalt von 25,3% und einem Tonerdegehalt von 552 Teilen werden mit 500 Teilen einer kolloiden wässrigen Suspension des gleichen Aluminiumhydroxyds, ~~die~~ durch 40 Minuten langes Mahlen in der Kolloidmühle unter Zugabe von Wasser erhalten wurde und 3,1% Feststoff, entsprechend 15,5% Tonerde, enthält, im

Knetter 30 Minuten lang gemischt. Die erhaltene Masse wird in Würfel geformt, zunächst bei  $50^{\circ}$  und dann bei  $100^{\circ}$  getrocknet und 1 Stunde lang auf  $500^{\circ}$  erhitzt.

Die auf diese Weise hergestellten Katalysatoren zeichnen sich durch besonders hohe mechanische Festigkeit aus.

#### Beispiel 2.

945 Gewichtsteile Eisenhydroxyd, das aus Ferrinitratlösung durch Fällen mit Kaliumcarbonatlösung in der Wärme, Waschen und Trocknen des Niederschlags bei  $100^{\circ}$  und mahlen erhalten wurde, mit einem Feuchtigkeitsgehalt von 6,1% und einem Ferrioxydgehalt von 885 Teilen, werden mit 569 Teilen einer kolloiden Suspension des gleichen Eisenhydroxyds, die durch 16 Stunden langes Mahlen unter Zusatz von Wasser in der Schwingmühle erhalten wurde, und die einen Glührückstand von 22,35%, entsprechend einem Ferrioxydgehalt von 127 Teilen besitzt, in einem Knetter 90 Minuten lang gemischt. Die erhaltene Masse wird zu Kugeln geformt, 14 Stunden lang bei  $50^{\circ}$  und 24 Stunden lang bei  $200^{\circ}$  getrocknet und 1 Stunde lang auf  $500^{\circ}$  erhitzt.

Die auf diese Weise hergestellten Katalysatoren zeichnen sich durch besonders hohe mechanische Festigkeit aus.

#### Beispiel 3.

500 Gewichtsteile einer Bleicherde mit einem Feuchtigkeitsgehalt von 15,5% werden mit 300 Gewichtsteilen einer kolloiden Suspension der gleichen Bleicherde, die durch 16 Stunden langes Vermahlen von 86 Teilen Bleicherde mit 214 Teilen Wasser in einer Schwingmühle erhalten wurde, und die 24,2% Feststoff enthält, zusammen mit weiteren 330 Teilen Wasser in einem Knetter 30 Minuten lang gemischt.

Die erhaltene Masse wird zu Kugeln geformt, 14 Stunden lang bei 50° und 3 Stunden lang bei 100° getrocknet und 1 Stunde lang auf 500° erhitzt.

Die auf diese Weise hergestellten Katalysatoren zeichnen sich durch besonders hohe mechanische Festigkeit aus.

Patentanspruch.

Verfahren zur Herstellung von formfesten Katalysatoren oder aus Adsorbentien feingemahlene Stoffen, dadurch gekennzeichnet, dass man einen Teil der Stoffe, der 3 bis 50%, vorzugsweise 10 bis 20% der Gesamtmenge beträgt, bis zur kolloiden Feinheit vermahlt, in feuchtem Zustand mit dem anderen, weniger fein gemahlene Teil mischt und das Gemisch formt und erhitzt.