

DEUTSCHES REICH



AUSGEGEBEN AM  
24. APRIL 1942

REICHSPATENTAMT  
PATENTSCHRIFT

Nr 720 107

KLASSE 12<sup>o</sup> GRUPPE I 03

R 100856 IVd/I2 0

✱ Dr. Friedrich Martin in Mülheim, Ruhr, ✱  
und Dr. Friedrich Johswig in Merseburg

sind als Erfinder genannt worden.

Ruhrchemie AG. in Oberhausen-Holten

Verfahren zur Herstellung von gegen Einwirkung von Luft unempfindlichen Katalysatoren  
für die Umsetzung von Kohlenoxyd-Wasserstoff-Gemischen

Patentiert im Deutschen Reich vom 27. November 1937 an

Patenterteilung bekanntgemacht am 2. April 1942

Gemäß § 2 Abs. 2 der Verordnung vom 28. April 1938 ist die Erklärung abgegeben worden,  
daß sich der Schutz auf das Land Österreich erstrecken soll.

Die zur katalytischen Umsetzung Kohlenoxyd und Wasserstoff enthaltender Gasgemische verwendeten Katalysatoren zeigen nicht nur bei Beginn der Synthese eine erwünscht hohe Anfangsaktivität, sondern sie neigen beim Zutritt sauerstoffhaltiger Gase (Luft) auch zu schädlichen Überhitzungen und Entzündungen. Zur Vermeidung dieser Nachteile hat man die Kontakte mit Öl oder geeigneten festen Kohlenwasserstoffen getränkt, um auf diese Weise den Katalysator einerseits gegen die umgebende Luft unempfindlich zu machen und andererseits seine hohe Anfangsaktivität in ausreichendem Maße herabzusetzen.

Eine derartige Arbeitsweise ist jedoch sehr unwirtschaftlich, weil sie nicht nur das Kontaktgewicht fast verdoppelt, sondern in zusätzlicher Weise auch umständliche Arbeitsgänge und wertvolle Hilfsstoffe erfordert. Man hat daher auf eine vorherige Katalysatortränkung meist verzichtet und beim Transport bzw. bei der Einfüllung in die Syntheseöfen mit einer Schutzatmosphäre aus Kohlensäure (CO<sub>2</sub>) oder Stickstoff gearbeitet. Diese Inertgase schützten die Katalysatormasse jedoch nur an den Grenzflächen. In ihrem Innern ist die Masse weiterhin höchst sauerstoffempfindlich. Außerdem bleibt die unzulässig hohe Anfangsaktivität in vollem

Umfang erhalten, so daß die Kontaktöfen nur mit besonderer Vorsicht angefahren werden können.

- Es wurde nun die höchst überraschende Beobachtung gemacht, daß sich hochaktive Kohlenoxydhydrierkatalysatoren bei tiefer Temperatur in besonders wirksamer Weise mit Kohlensäure beladen lassen. Gegen die Einwirkung der umgebenden Luft werden sie hierdurch völlig unempfindlich, außerdem entweicht beim Anfahren die Kohlensäure derart langsam, daß schädliche Temperatursteigerungen unterbleiben und keine unerwünschte Methanbildung auftritt. Vorbedingung hierfür ist allerdings, daß der Kontakt nach seiner Reduktion zunächst mit Stickstoff oder anderen Inertgasen auf unterhalb von 30° liegende Temperaturen abgekühlt und dann erst mit Kohlensäure getränkt wird.
- Aus dem nachfolgenden Ausführungsbeispiel ist die erfindungsgemäße Arbeitsweise genauer ersichtlich.

#### Ausführungsbeispiel:

- Ein Kübel von 15 000 l Fassungsraum, in dem man 3000 kg eines für die Benzinsynthese nach Fischer-Tropsch geeigneten Kontaktes reduzierte, wurde nach der Reduktion

mit Hilfe von durchgeleitetem Stickstoff kaltgeblasen. Der im Kübel befindliche Stickstoff wurde darauf im Laufe von etwa 10 Stunden durch langsame Einleitung entspannter Kohlensäure bei unterhalb 30° vollständig verdrängt.

Die aufgenommene Kohlensäure übte auf den Katalysator eine so gute Schutzwirkung aus, daß er ohne die geringste Verminderung seiner Wirksamkeit transportiert und ohne Luftabschluß in die Kontaktöfen eingefüllt werden konnte.

#### PATENTANSPRÜCHE:

1. Verfahren zur Herstellung von gegen Einwirkung von Luft unempfindlichen Katalysatoren für die Umsetzung von Kohlenoxyd-Wasserstoff-Gemischen bei erhöhter Temperatur, dadurch gekennzeichnet, daß die Katalysatoren nach ihrer Reduktion auf eine Temperatur unterhalb 30° abgekühlt und erst dann die im Katalysator enthaltenen Gase oder Dämpfe durch Kohlensäure verdrängt werden.
2. Verfahren nach Anspruch 1, dadurch gekennzeichnet, daß man zur Abkühlung des Katalysators nach seiner Reduktion Stickstoff verwendet.