

DEUTSCHES REICH



AUSGEBEN AM

9. MAI 1942

REICHSPATENTAMT  
PATENTSCHRIFT

Nr 720576

KLASSE 12g GRUPPE 4 01

S 135851 IVb/12g

✱ Dipl.-Ing. Paul Hegenberg und Dr. Georg Alaschewski  
in Saarau, Kr. Schweidnitz, ✱

sind als Erfinder genannt worden.

Silesia, Verein chemischer Fabriken in Saarau, Kr. Schweidnitz  
Verfahren zur Herstellung von hochporösen und druckfesten Katalysatorträgern

Patentiert im Deutschen Reich vom 15. Februar 1939 an

Patenterteilung bekanntgemacht am 9. April 1942

Gemäß § 2 Abs. 1 der Verordnung vom 20. Juli 1940 ist die Erklärung abgegeben worden,  
daß sich der Schutz auf das Protektorat Böhmen und Mähren erstrecken soll.

Es ist für viele chemische Kontaktverfahren von Wichtigkeit, einen Trägerkörper für die katalytisch wirkende Substanz zur Verfügung zu haben, der eine möglichst hohe Porosität und gleichzeitig eine gute Druckfestigkeit besitzt. Die Porosität ist ein Maß für die Größe der aktiven Oberfläche des Katalysatorträgers, und die Druckfestigkeit muß möglichst hoch sein, um z. B. die Aufeinander-schichtung der Kontaktmassen ohne Zertrümmerung der einzelnen Trägerkörper zu gestatten.

Es wurde nun gefunden, daß man nach folgendem Verfahren zu sehr porösen und gleichzeitig in erhöhtem Maße druckfesten Trägerkörpern für katalytisch wirkende Substanzen gelangen kann, die den technischen Anforderungen besser entsprechen als die nach den bisher bekannten Verfahren herge-

stellten Körper, die zwar eine genügende Porosität, aber eine für zahlreiche Anwendungsgebiete unzureichende Druckfestigkeit aufzuweisen haben.

Man löst in überschüssiger, hochkonzentrierter Phosphorsäure, etwa vom spezifischen Gewicht 1,7, unter Erhitzung Aluminiumoxyd oder -hydroxyd auf, so daß eine zähe, sirupartige Masse entsteht. In diese Masse trägt man alsdann so viel Kieselsäure, z. B. Kieselsäure, oder Silicate von hohem Kieselsäuregehalt ein, daß eine noch feuchte, plastische Masse gebildet wird, welche verformbar ist. Diese Masse wird dann durch geeignete Vorrichtungen zu Formkörpern verformt und dann getrocknet.

Als besonders zweckmäßig erweist sich hierbei die Verformung der Masse mit Hilfe einer Fadenpresse. Die gebildeten Fäden zer-

brechen während des Trocknens oder hinterher in kleine Stäbchen, die eine besonders praktische Formbildung des Trägerkörpers darstellen.

5 Die getrockneten Formkörper werden dann einem Glühprozeß bei über  $400^{\circ}\text{C}$ , zweckmäßig bei 600 bis  $800^{\circ}\text{C}$ , unterworfen, wobei sie zu außerordentlich harten Körpern sintern, welche nicht nur eine sehr gleichmäßige und hohe Porosität besitzen, welche  
10 50 bis 60 Gewichtsprozent ausmacht, sondern auch eine überraschend hohe Druckfestigkeit aufweisen.

Die auf diese Weise erzeugten Trägerkörper werden dann in an sich bekannter Weise mit Lösungen katalytisch wirkender Substanzen getränkt und nach der Trocknung usw. für den betreffenden Kontaktprozeß verwendet. Ihre hohe mechanische Festigkeit gestattet eine Aufschichtung der Formkörper zu beträchtlichen Schichtdicken, während durch ihre große Porosität die Erzielung sehr guter Ausbeuten bei den betreffenden katalytischen Verfahren gewährleistet wird.

35 Als besonders vorteilhaft hat sich die Benutzung der erfindungsgemäßen Trägerkörper für den am Vanadinkontakt ausgeführten Gewinnungsprozeß von Schwefelsäureanhydrid erwiesen, für welchen die Trägerkörper zweckmäßig mit einer Alkalinatlösung so getränkt werden, daß sich in der fertigen Kontaktmasse 5 bis 7%  $\text{V}_2\text{O}_5$  befinden. Man erhält unter Benutzung eines solchen Kontakts Ausbeuten von 98 bis 99%.

### Beispiel

In 50 g einer Phosphorsäure, welche ein spezifisches Gewicht von 1,7 besitzt, werden  
40 10 g Aluminiumhydroxyd eingetragen und unter Rühren so lange erhitzt, bis sich die Tonerde vollkommen gelöst hat. Alsdann werden noch 15 ccm Wasser nachgegeben. In diese sirupartige Masse werden dann 65 g  
45 Kieselgur unter Rühren eingetragen, durch eine Fadenpresse in Fäden von einem Durchmesser von 2 mm gebracht und getrocknet. Nach dem Trocknen lassen sich die Fäden leicht in Stäbchen von einer Länge von etwa  
50 1 cm zerbrechen. Sie werden nun bei einer Temperatur von  $700^{\circ}$  30 Minuten geblüht. Nach dem Abkühlen werden sie dann in bekannter Weise mit einer Lösung einer Katalysatorsubstanz getränkt und getrocknet.

55 Es ist bereits bekannt, zur Gewinnung von Katalysatorträgern von hoher Porosität Diatomenerde mit einer wässrigen Lösung von Kaliumphosphat und Stärke anzuteigen, die Paste gründlich durchzukneten und mittels einer Strangpresse zu kleinen Zylindern zu verformen, die nach dem Trocknen bis

zu  $1000^{\circ}$  geblüht werden. Man erhält nach diesem Verfahren zwar gut poröse, aber bezüglich der Druckfestigkeit nicht befriedigende Trägerkörper.

Es ist ferner bereits bekannt, Katalysatorträger dadurch herzustellen, daß man die Oxyde und Hydroxyde sowie solche Salze der Alkalien, Erdalkalien, Erden oder Metalle, welche eine flüchtige Säure enthalten, mit Salzen aus flüchtigen Basen und schwer oder nicht flüchtigen Säuren trocken oder teigförmig innig mischt und erhitzt, bis keine gas- bzw. dampfförmigen Produkte mehr entweichen. Nach dieser Arbeitsweise erhält man zwar Massen von guter Porosität, aber gleichzeitiger von krümeliger oder bröckeliger, nicht verformbarer Beschaffenheit, deren Druckfestigkeit gänzlich unzureichend ist.

Ferner ist es auch bereits bekannt, ein als Alundum bezeichnetes hochporöses Material als Träger für Metalloxydkatalysatoren zu verwenden. Bei diesem besonderen Alundum handelt es sich jedoch offenbar um einen Stoff, der der Fachwelt nicht allgemein zugänglich ist und dessen Herstellungsweise allgemein unbekannt ist. Denn die handelsübliche Bezeichnung Alundum ist bekanntlich nur für Schmelzkorund in Verwendung und bezeichnet einen Stoff, der sich zwar durch außerordentliche Härte auszeichnet, gleichzeitig aber nur eine sehr geringe Porosität, etwa zwischen 5 und 10%, aufweist. Aus diesem bekannten Vorschlage ist daher ebenfalls keine der Allgemeinheit zugängliche Lösung der hier gestellten Aufgabe zu entnehmen, hochporöse und gleichzeitig sehr druckfeste Katalysatorträger herzustellen.

Schließlich ist es auch bekannt, Katalysatorträger durch Erhitzen von kieselsäurehaltigen Stoffen, z. B. Kieselgur, mit silicatbildenden Metalloxyden oder -salzen gegebenfalls in Anwesenheit von Ammonsalzen und nachträgliche Herauslösung des Basenanteils aus dem Reaktionsgemisch mittels Mineralsäure herzustellen. Auch hiernach lassen sich nur Träger von zwar hinreichender Porosität, aber von unzulänglicher Druckfestigkeit erzeugen.

Diesen bekannten Vorschlägen gegenüber besteht der technische Fortschritt des vorliegenden neuen Verfahrens darin, daß hiernach die Erzeugung sowohl hochporöser wie auch gleichzeitig äußerst druckfester Katalysatorträger auf einfachem Wege ermöglicht wird.

### PATENTANSPRÜCHE:

1. Verfahren zur Herstellung von hochporösen und druckfesten Katalysatorträgern durch Anteigen von Kieselsäure mit

65

70

75

80

85

90

95

100

105

110

115

120

5 phosphathaltigen Lösungen und Glühen der aus dieser Masse hergestellten und getrockneten Formkörper, dadurch gekennzeichnet, daß zum Anteigen der Kieselsäure eine Lösung von Tonerde oder Tonerdehydrat in überschüssiger hoch-

konzentrierter Phosphorsäure verwendet wird.

2. Verfahren nach Anspruch 1, dadurch gekennzeichnet, daß an Stelle der Kieselsäure Silicate von hohem Kieselsäuregehalt verwendet werden. 10