



stärkere Hydroxyde benutzen. Auch hier sind im Rahmen des Erfindungsgedankens zahlreiche Kombinationen möglich. Man kann z.B. mit Pottasche fällen und mit Kalilauge imprägnieren oder mit Soda fällen und mit Pottasche tränken.

Die guten Wirkungen, welche mit Hilfe des neuen Verfahrens hinsichtlich der Katalysatorwirksamkeit erreicht werden, sind den nachfolgenden Ausführungsbeispielen zu entnehmen.

#### Ausführungsbeispiel 1.

Es wurden unter Verwendung von Kalilauge bezw. Natronlauge bezw. Natronlauge und nachfolgender KOH-Imprägnierung drei Kontakte hergestellt, die im nachfolgenden mit a), b) und c) bezeichnet sind.

- a) Man erhitzte 870 ccm 10,2 %-ige Kalilauge zum Sieden, rührte in die kochende Lauge 25 g Kieselgur ein und hielt die Mischung 1 Minute lang im Kochen. Gleichzeitig wurden 600 ccm einer Salzlösung erhitzt, die insgesamt 25 g Eisen, 1,2 g Kupfer und 2,5 g Calciumoxyd in Form der Nitrate enthielt. Die kochendheiße Salzlösung wurde in die mit Kieselgur versetzte heiße Kalilauge unter ständigem lebhaftem Rühren eingegossen. Die hierbei entstehende Fällung wurde abgenutscht und mit 600 ccm heißem Wasser nachgewaschen. Den Filterkuchen trocknete man bei 105°C, um ihn sodann zu zerkleinern und als Katalysator auszuformen.
- b) An Stelle von Kalilauge wurde die obenerwähnte Eisennitrat-Kupfernitratsalzlösung mit Hilfe von Natronlauge gefällt. Zu diesem Zweck versetzte man 600 ccm 10,3 %-ige Natronlauge, in welche 25 g Kieselgur eingerührt waren, kochend mit 600 ccm der obenerwähnten Salzlösung. Der weitere Herstellungsgang verlief in gleicher Weise wie bei Verwendung von Kalilauge.
- c) In 640 ccm mit Kieselgur versetzter 10,3 %-iger Natronlauge wurden 600 ccm der erwähnten Eisennitrat-Kupfernitratsalzlösung im siedenden Zustande

eingeführt. Der erzeugte Niederschlag wurde abgutscht und mit 1200 ccm heißem Wasser ausgewaschen. Vor dem Trocknen wurden dem ausgewaschenen Niederschlag 9 ccm einer etwa 10 %-igen Kalilauge zugemischt.

Die gemäß a), b) und c) hergestellten Hydrierkontakte wurden bei Atmosphärendruck mit Wassergas in Betrieb genommen. Die Umsetzungstemperatur belief sich auf 245°C und die Gasbeaufschlagung auf 4 Liter Wassergas pro 40 ccm Kontakt. Als Durchschnitt von 100 Betriebsstunden zeigten sich folgende Ergebnisse:

Kontakt a):	Kontraktion: 34 %	Ölausbeute: 57 ccm/cbm Gas
Kontakt b):	" 26 %	" 26 ccm/cbm Gas
Kontakt c):	" 36 %	" 56 ccm/cbm Gas

Diese Gegenüberstellung läßt erkennen, daß der durch Natronlauge gefällte und mit Kalilauge imprägnierte Kontakt eine höhere Kontraktion und fast die gleiche Ölausbeute lieferte wie ein Katalysator, der ausschließlich mit Kalilauge zubereitet war, während der nur mit Natronlauge hergestellte Kontakt erheblich schlechter arbeitete.

In ähnlicher Weise wie bei mit Natronlauge gefällten Kontakten zeigt auch bei den mit Soda gewonnenen Katalysatormassen die abschließende Imprägnierung mit Kalilauge eine überraschende Wirkung, wie aus dem nachfolgenden Ausführungsbeispiel ersichtlich wird:

#### Ausführungsbeispiel 2.

Es wurden zwei Hydrierkontakte hergestellt, von denen einer eine vollständig mit Kalilauge zubereitet war, während der andere mit Sodalösung hergestellt und mit Kalilauge nur imprägniert wurde.

- a) Man erhitzte 1200 ccm 10,3 %-ige Kalilauge, trug 2,5 g Kieselgur ein und hielt die Lauge 1 Minute lang im Kochen. Gleichzeitig wurden 200 g feingemahlene feuchte Luxmasse mit einem Eiseninhalt von 36 g Fe in 400 ccm Wasser aufgeschlämmt, schwach mit Salpetersäure ange-

- säuert und mit 1,8 g Cu in Form von 12,6 ccm Kupfernitratlösung versetzt. Darauf erhitzte man die Aufschlammung bis zum Sieden und rührte sie sodann in die kochende Kalilauge ein. Nach kräftiger Durchmischung wurde auf der Nutsche abgesaugt und mit 1200 ccm heißem Wasser nachgewaschen. Der Kontakt wurde bei 105°C getrocknet und in der üblichen Weise ausgeformt.
- b) In 1100 ccm Wasser wurden 52 g  $\text{Na}_2\text{CO}_3$  gelöst und zum Sieden erhitzt. In die siedende Lösung wurden 2,5 g Kieselgur eingetragen und 30 Sekunden lang gekocht. Darauf setzte man die oben erwähnte kochende Aufschlammung von 200 g Luxmasse, 400 ccm schwachsalpetersaures Wasser und 12,6 ccm Kupfernitratlösung zu. Der entstehende Niederschlag wurde abgenutscht und mit 1200 ccm Wasser nachgewaschen. Vor dem Trocknen wurde unter Vermittlung einer verdünnten Kalilauge derart mit Kaliumhydroxyd imprägniert, daß auf 36 g Fe etwa 4 % = 1,44 g KOH entfielen.

Die gemäß a) und b) hergestellten Kontakte nahm man bei Atmosphärendruck mit Wassergas in Betrieb. Die Umsetzungstemperatur belief sich auf 245°C und die Gasbeaufschlagung auf 4 Liter Wassergas pro 40 ccm Kontakt. Als Durchschnitt von 100 Betriebsstunden wurden folgende Ergebnisse beobachtet:

Kontakt a):	Kontraktion:	30 %	Glausbeute:	53 ccm/cbm Gas
Kontakt b):	"	32 %	"	57 ccm/cbm Gas

Aus diesen Zahlen ist ersichtlich, daß der mit Soda gefällte und mit Kalilauge imprägnierte Kontakt besser arbeitete als ein ausschließlich mit Hilfe von Kalilauge hergestellter Katalysator.

#### Patentansprüche.

1.) Verfahren zur Herstellung eisenhaltiger Kohlenoxyd-Hydrierkatalysatoren, d a d u r c h g e k e n n z e i c h n e t , daß bei der Zubereitung oder Ausfällung der Kontaktmasse Alkalien geringer Stärke verwendet werden und die fertigen

Kontaktmassen vor oder nach der Trocknung und endgültigen Fertigstellung mit Alkalien größerer Stärke imprägniert werden.

2.) Ausführungsform des Verfahrens nach Anspruch 1, dadurch gekennzeichnet, daß die Kontaktmassen mit Natronlauge oder Sodälösung ausgefällt oder zubereitet und vor oder nach der Trocknung und endgültigen Fertigstellung mit Kalilauge oder Pottaschelösung imprägniert werden.

RUHCHEMIE AKTIENGESELLSCHAFT