

Die Katalysatoren können auf verschiedene Weise hergestellt werden, z.B. als Fällungs-, Schmelz-, Sinterungs- oder Skelettkatalysatoren. Zur Herstellung von Fällungskatalysatoren fällt man zweckmässig eine Eisensalzlösung in der Kälte unter Rühren mit einer Kaliumcarbonat- oder -hydroxydlösung oder der Lösung einer entsprechenden Verbindung eines anderen Alkalimetalls. Dabei kann man allmählich die eine Lösung in die andere oder beide gleichzeitig in das Rührgefäß einfliessen lassen. Der Niederschlag wird filtriert und so lange mit destilliertem Wasser gewaschen, bis er, auf den trocknen Zustand bezogen, eine innerhalb der angegebenen Bereiche liegende Menge Kalium bzw. eines anderen Alkalimetalls enthält. Hierauf wird der Katalysator getrocknet und gegebenenfalls reduziert.

Man kann gleichzeitig mit dem Eisenhydroxyd auch andere Metallhydroxyde oder -carbonate mit ausfällen. Ferner kann man vorteilhaft Trägerstoffe, wie Kieselgur, Tonerde, Fullererde und dergl., zusetzen. Durch Veränderung der Fällungsbedingungen, Temperatur, Konzentration und dergl. kann man besondere Wirkungen, z.B. Verschiebung des Siedebereiches der mit dem Katalysator erhaltenen Erzeugnisse nach oben oder unten, erzielen. Zu sehr wirksamen Katalysatoren gelangt man auch, wenn man ein auf beliebige Weise hergestelltes Eisenhydroxyd oder -oxyd, das ^{die gewünschte Menge} weniger als Kalium oder anderes Alkalimetall enthält, durch Zusatz beliebiger Alkaliverbindungen auf den gewünschten Alkaligehalt bringt.

~~Stellt man die Katalysatoren durch Schmelzen von metallischem Eisen her, so führt man die Verbindungen des Kaliums oder anderen Alkalimetalls in grösseren Mengen (z.B. dem 5- bis 8-fachen), dem zu schmelzenden Gut zu, da ein beträchtlicher Teil während des Schmelzens verdampft. Die im einzelnen Fall geeignete Zusatzmenge wird zweckmässig durch einen Vorversuch ermittelt, weil durch Zusatz anderer Stoffe, die neben dem Alkali vorteilhaft sind, die Verdampfungsgeschwindigkeit des Alkalimetalls erheblich beeinflusst wird. Sie ist ferner stark von der Geschwindigkeit und der Menge des Sauerstoffs abhängig, mit dem das Eisen geschmolzen wird. Katalysatoren aus Schmelzen mit zu geringem Kaliumgehalt kann man durch Zusammenschmelzen mit solchen höheren Kaliumgehaltes, z.B. in elektrisch geheizten Öfen, auf die gewünschte Zusammensetzung bringen. Bloßes Mischen fester Katalysatorkörner mit verschiedenem Alkaligehalt genügt nicht.~~

Die Katalysatoren werden vor ihrer Verwendung meist mit

Wasserstoff oder wasserstoffhaltigen Gasgemischen reduziert, die zweckmässig mit einem stündlichen Durchsatz zwischen 300 und 10 000, am besten oberhalb 2000 Raumeinheiten je Raumeinheit des Katalysators (als Schüttvolumen gemessen) über diesen geleitet werden.

Die genannten Katalysatoren sind für die Durchführung der Umsetzung sowohl ohne wie mit Benetzung mit einer Flüssigkeit geeignet. Im letzten Fall kann man die Flüssigkeit, z.B. ein Kohlenwasserstofföl, ohne Bildung eines Flüssigkeitsspiegels über den Katalysator rieseln lassen oder auch den ganzen Umsetzungsraum mit der Flüssigkeit ausfüllen. In allen Fällen können die Katalysatoren in Form von Stücken in den Umsetzungsraum gefüllt werden. Bei der Umsetzung in der flüssigen Phase kann man sie auch in der Flüssigkeit suspendieren. Als Syntheseöfen werden zweckmässig solche mit guter Wärmeabführung gewählt, z.B. Röhren- oder Plattenöfen.

Die Synthesetemperatur liegt unter 250° , am besten zwischen 175 und 230° ; die Drucke betragen im allgemeinen 5 bis 50 at und mehr, zweckmässig 10 bis 30 at. Man kann in einer oder mehreren Stufen arbeiten oder auch das Gas im Kreislauf zurückführen. Die stündliche Raugeschwindigkeit des Gases kann verhältnismässig niedrig sein, z.B. 200 bis 500 cbm je cbm Katalysator betragen; bessere Ergebnisse werden aber mit höheren Raugeschwindigkeiten von stündlich über 2 cbm, z.B. 4 cbm, je Liter Katalysator erhalten, wobei das Gas zweckmässig durch eine oder mehrere Stufen im Kreislauf geführt wird und die entstandenen höhersiedenden Erzeugnisse sowie auch das gebildete Wasser jedesmal nach Verlassen des Syntheseofens herausgenommen werden.

Beispiel.

3 Ansätze a, b und c eines Gemisches von 96,5 Teilen reinem Eisen und 3,5 Teilen Aluminiumoxyd werden mit verschiedenen Mengen Kaliumnitrat versetzt und im Sauerstoffstrom homogen verschmolzen. Die fertigen Schmelzkuchen enthalten a) 0,03, b) 0,35, c) 1,2 % Kalium. Sie werden auf eine Korngrösse von 1 bis 2 mm gebrochen und dann bei 450° mit Wasserstoff reduziert, der mit einem Durchsatz von stündlich 3 cbm je Liter der Massen angewandt wird. Die reduzierte Masse wird in einer Kohlendioxidatmosphäre in Röhrenöfen eingefüllt und dient hier als Katalysator zur Umsetzung eines aus gleichen Teilen Wasserstoff und Kohlenoxyd bestehenden Gases, das mit einem Durchsatz von stündlich 350 Raumteilen je Raumteil Katalysator eingeleitet und ei-

ner Temperatur von 190 bis 200° und einem Druck von 25 at unterworfen wird. Die zwischen 200 und 400° siedenden Fraktionen der dabei erhaltenen Erzeugnisse enthalten folgende Mengen Alkohole :

Fraktion siedend von:	Alkoholgehalt mit Katalysator :		
	a)	b)	c)
200 bis 300°	34 %	62 %	42 %
300 " 400°	28 %	53 %	29 %

Der Katalysator b, dessen Kaliumgehalt dem gemäß der Erfindung verwendeten entspricht, führt somit zu einer sehr starken und unvorhergesehenen Erhöhung des Alkoholgehalts. Ein ähnliches Ergebnis erzielt man, wenn der Katalysator andere zwischen 0,1 und 0,7 % liegende Mengen Kalium enthält.

Patentanspruch.

Verfahren zur Herstellung sauerstoffhaltiger organischer Verbindungen neben Kohlenwasserstoffen aus Kohlenoxyd und Wasserstoff in Gegenwart Eisen enthaltender Katalysatoren, bei mittleren Drucken und solchen Temperaturen unterhalb 250°, die unterhalb der unteren Grenze der für die bevorzugte Kohlenwasserstoffbildung mit dem gleichen Katalysator geeigneten Temperaturen liegen, dadurch gekennzeichnet, daß der Katalysator Kalium in einer Menge von 0,05 bis 0,9 %, vorzugsweise 0,1 bis 0,7 %, des Gewichts des trockenen Katalysators oder eine äquivalente Menge eines anderen Alkalimetalls enthält.

I. G. FARBENINDUSTRIE AKTIENGESELLSCHAFT

gez. i. V. Sattler

gez. ppa. Kleber