

---

Octroiraad



⑩ A **Terinzagelegging** ⑪ **8007105**

Nederland

⑲ NL

---

- ⑤4 **Op een drager aangebrachte katalysator op nikkelbasis, werkwijze ter bereiding ervan en toepassing bij een werkwijze voor hydrogenering van meervoudig onverzadigde organische verbindingen tot de overeenkomstige ten dele of geheel verzadigde verbindingen.**
- ⑤1 Int.Cl.<sup>3</sup>: B01J 23/74, B01J 23/72, B01J 23/86, B01J 23/89, B01J 23/82, B01J 23/76, C07C 5/02.
- ⑦1 Aanvrager: Ceskoslovenská Akademie Ved te Praag.
- ⑦4 Gem.: Ir. G.F. van der Beek c.s.  
NEDERLANDSCH OCTROOIBUREAU  
Joh. de Wittlaan 15  
2517 JR 's-Gravenhage.

- 
- ②1 Aanvraag Nr. 8007105.
- ②2 Ingediend 30 december 1980.
- ③2 Voorrang vanaf 2 januari 1980, 7 maart 1980.
- ③3 Land van voorrang: Tsjechoslowakije (CS).
- ③1 Nummers van de voorrangsaanvragen: 5/80, 1590/80.
- ⑥2 --

- 
- ④3 Ter inzage gelegd 3 augustus 1981.

De aan dit blad gehechte stukken zijn een afdruk van de oorspronkelijk ingediende beschrijving met conclusie(s) en eventuele tekening(en).

---

N.O. 29.758

Op een drager aangebrachte katalysator op nikkelbasis, werkwijze ter bereiding ervan en toepassing bij een werkwijze voor hydrogenering van meervoudig onverzadigde organische verbindingen tot de overeenkomstige ten dele of geheel verzadigde verbindingen.

De onderhavige uitvinding heeft betrekking op een op een dra-  
ger aangebrachte katalysator op nikkelbasis, op een werkwijze ter  
bereiding daarvan en op het gebruik van een dergelijke op een dra-  
ger aangebrachte katalysator op nikkelbasis bij een hydrogenerings-  
5 werkwijze van meervoudig onverzadigd organische verbindingen tot  
de overeenkomstige ten dele of geheel verzadigde verbindingen.

Op een drager aangebrachte nikkelkatalysator<sup>en</sup> met een drager  
zoals diatomeeënaarde, aluminiumoxide of silicagel zijn lang ge-  
bruikt als heterogene katalysatoren bij werkwijzen voor selectieve  
10 hydrogenering van meervoudig onverzadigde organische verbindingen  
tot di- of mono-verzadigde verbindingen. Eén van de belangrijkste  
werkwijzen is de hydrogenering van onverzadigde vetzuren, die in  
plantaardige oliën en dierlijke vetten gebonden zijn, of de hydro-  
genering van vrije onverzadigde vetzuren, tot de overeenkomstige  
15 ten dele of geheel verzadigde verbindingen. Op dit moment over-  
schrijdt het jaarlijkse wereldwijde volume van oliën en vetten ge-  
hydrogeneerd voor verdere verwerking tot voedingsmiddelen en tech-  
nische produkten  $4 \cdot 10^6$  ton. Dit feit en een poging tot maximaal  
nuttig gebruik van alle voedselbronnen dwingen de fabrikanten tot  
20 verbeteringen in de hydrogeneringstechnologie, waarnaast het berei-  
ken van een optimaal economisch effect ook vraag is naar een selec-  
tieve uitvoeringsvorm van de werkwijze.

Tengevolge van de kookpunten van de verwerkte produkten, wordt  
de hydrogeneringswerkwijze uitgevoerd in de vloeistoffase bij een  
25 verhoogde temperatuur en druk bij aanwezigheid van een heterogene  
katalysator, wat dus een vergelijkenderwijze complex drie-fase  
vloeistof-gas-vaste stof-systeem voorstelt. Naast de technologi-  
sche parameters van de apparatuur, zoals een continue of disconti-  
nue uitvoering, de wijze van massa- en warmte-overdracht in het  
30 systeem, enz., is het de kwaliteit van de gebruikte katalysator,  
die van primair belang is. Teneinde volledig de capaciteit van een  
hydrogeneringseenheid nuttig te gebruiken, is het noodzakelijk een  
hoge reactiesnelheid te bereiken, waarvoor een eerste vereiste een  
grote activiteit van de katalysator is. Uit het gezichtspunt van de  
35 mogelijkheid een produkt te verkrijgen van een vereiste samenstel-

8007105

ling, die vóór-geselecteerde vetzuuresters bevat, wordt tegelijkertijd de nadruk gelegd op een selectief gedrag van de hydrogeneringskatalysator. Bij de hydrogenering — bijvoorbeeld van plantaardige oliën, zoals raapolie of sojaolie, die glyceriden van linoleenzuur bevatten, is het vereist — met het oog op de vergroting van de constantheid van de smaak en de geur van het produkt — dat de glyceriden van linoleenzuur in hoofdzaak of volledig verwijderd worden, terwijl het gehalte van glyceriden van linolzuur zo weinig mogelijk wordt verminderd en het gehalte van glyceriden van stearinezuur in minimale mate wordt vergroot.

Nikkelkatalysatoren, die tot dusverre in de technische praktijk zijn gebruikt, vertonen als regel geen grote activiteit tezamen met een grote selectiviteit voor de hydrogenering van meervoudig onverzadigde organische verbindingen en gewoonlijk is slechts een van de eigenschappen dominant.

Volgens de onderhavige uitvinding wordt een katalysator op nikkelbasis verschaft aangebracht op een anorganische drager zoals diatomeeënaarde, aluminiumoxide of silicagel, die 10 tot 85 gew.% nikkel bevat, van welke hoeveelheid 40 tot 99 % wordt uitgemaakt door nikkel in de vorm van metaal en 0,05 tot 6,7 gew.% boor. De katalysator van de onderhavige uitvinding kan voorts 0,01 tot 10 gew.% koper, zilver, chroom, zirkoon, thorium, tin, rhenium of een van de metalen van groep VIII van het periodieke systeem of een mengsel van ten minste twee van deze metalen bevatten.

De hiervoor vermelde katalysator wordt op de volgende wijze bereid:

- (1) precipitatie van een suspensie van een anorganische drager in een nikkelzoutoplossing met een alkali,
- (2) het onderwerpen van het mengsel van de anorganische drager en het neergeslagen nikkel dihydroxide en/of nikkelhydroxide-carbonaat met een samenstelling  $\text{NiCO}_3 \cdot x (\text{Ni}(\text{OH})_2 \cdot y \text{H}_2\text{O})$ , waarin x een getal van 1 tot en met 30 is en y een willekeurig getal is, aan de inwerking van een alkalimetaal-boorhydride-oplossing in een hoeveelheid van 0,005 tot 1,25 mol boorhydride per mol nikkel, waarbij deze behandeling wordt uitgevoerd bij een temperatuur tussen 20 en 100°C en bij een pH van meer dan 10 gedurende een perioden van 5 tot 60 minuten,
- (3) het wassen en drogen van de verkregen massa,
- (4) het calcineren van de massa bij een temperatuur tussen 300 en 500°C, en

8007105

(5) het reduceren van de gecalcineerde massa bij een temperatuur tussen 250 en 480°C tot een reductiegraad, die varieert van 0,40 tot 0,99.

Wanneer het voorts vereist is, dat een op een drager aangebrachte katalysator op nikkelbasis de hiervoor vermelde modificerende metalen bevat, wordt het mengsel van een anorganische drager en het nikkel dihydroxide en/of nikkelhydroxide carbonaat van de hiervoor vermelde samenstelling tezamen behandeld met een toevoeging van een zout van koper, zilver, chroom, zirkoon, thorium, tin, rhenium of een van de metalen van groep VIII van het periodieke systeem, of een mengsel van ten minste twee van deze zouten in een hoeveelheid, die overeenkomt met 0,1 tot 10 gew.% van het metaal.

De onderhavige uitvinding verschaft voorts een werkwijze voor het hydrogeneren van meervoudig onverzadigde organische verbindingen tot de overeenkomstige ten dele of geheel verzadigde verbindingen, waarbij waterstof bij een druk tussen  $1,013 \times 10^5$  en  $2,7 \times 10^6$  Pa in aanraking gebracht wordt met een meervoudig onverzadigde organische verbinding bij een temperatuur tussen 30 en 240°C bij aanwezigheid van een op een drager aangebrachte katalysator op nikkelbasis, zoals hiervoor toegelicht. De contacttijd wordt zodanige gekozen, dat de vereiste samenstelling van het produkt verkregen wordt.

De katalysator op nikkelbasis van de onderhavige uitvinding is in het bijzonder geschikt voor toepassing als katalysator voor de hydrogenering van onverzadigde vetzuren en hun glyceriden tot de overeenkomstige ten dele of geheel verzadigde verbindingen. De werkwijze wordt uitgevoerd bij een waterstofdruk tussen  $1,013 \times 10^5$  en  $2,7 \times 10^6$  Pa bij een temperatuur tussen 80 en 240°C. De omzettingstijd wordt opnieuw gekozen om de vereiste samenstelling van vetzuren in het produkt te geven. De hoeveelheid katalysator ligt op geschikte wijze binnen het traject van 0,01 tot 2 gew.% van het nikkelmetaal betrokken op het gewicht van de verwerkte grondstof, bij voorkeur binnen het traject van 0,02 tot 0,06 gew.%.

De hydrogeneringswerkwijze, zoals hier beschreven, kan zowel op continue basis als discontinue basis worden uitgevoerd.

De behandeling van het verkregen neerslag door menging van een nikkelzout met een alkali tot een alkalimetaalboorhydride-oplossing resulteert in een uitwisseling van een deel van oppervlakte hydroxylgroepen van het nikkel-dihydroxide en/of de nikkelhydroxide-

carbonaat-structuur met het  $(\text{BH}_4)^-$  anion. De gerede katalysator vertoont dan een verschillende malen grotere activiteit en selectiviteit voor de hydrogenering van meervoudig onverzadigde organische verbindingen tot de overeenkomstige ten dele of volledig verzadigde verbindingen in vergelijking met een soortgelijk produkt, dat niet behandeld is met het alkalimetaalboorhydride.

De katalysator van de onderhavige uitvinding is geschikt voor toepassing bij werkwijzen zoals de hydrogenering van cyclooctadien tot cycloocteen. Van het grootste belang van uit industrieel gezichtspunt is echter de hydrogenering van onverzadigde vetzuren en hun glyceriden tot de overeenkomstige ten dele of geheel verzadigde verbindingen. Wanneer de werkwijze wordt uitgevoerd op selectieve basis, waarbij ten dele gehydrogeneerde plantaardige oliën verkregen worden, wordt de hydrogeneringswerkwijze meestal gestopt bij 0 - 30 gew.% van de oorspronkelijke hoeveelheid linoleenzuur. Bijvoorbeeld wordt bij de verwerking van raapolie met tot een minimum teruggebracht gehalte erusinezuur, met een begin-joodgetal van 115, de hydrogeneringswerkwijze gestopt, wanneer een joodgetal van 90 - 100 bereikt is. Onder de gegeven omstandigheden zal het gehalte linolzuuresters verminderd zijn tot 50 - 80 gew.% van de oorspronkelijke hoeveelheid. Op dergelijke wijze behandelde oliën zijn dan geschikt voor verdere verwerking van verschillende soorten slaolie, mayonnaise, margarine, enz..

De selectieve eigenschappen van de katalysator maken deze ook geschikt om een vergelijkenderwijze hoge opbrengst te verkrijgen van oliezuur bij hydrogenering van plantaardige oliën. Bij de verwerking van raapolie met tot een minimum teruggebracht gehalte erusinezuur bijvoorbeeld is het maximum-gehalte van de oliezuuresters in het produkt ongeveer 83 % en het verkregen produkt kan verder verwerkt worden voor technische doeleinden.

De katalysator volgens de onderhavige uitvinding is ook geschikt voor de hydrogenering van plantaardige oliën tot een produkt met een smeltpunt van 32 - 39°C, dat verder verwerkt wordt tot margarine, diabetenvet, enz.. De katalysator is ook geschikt voor de totale hydrogenering van plantaardige oliën of vrije vetzuren tot produkten met een joodgetal van 2 - 5, waarbij de grote activiteit van de katalysator de hoofdrol speelt.

#### Voorbeeld I

Een suspensie van diatomeeënaarde in een nikkelnitraatoplossing bij 95°C werd onder roeren toegevoegd aan een verwarmde oplos-

8007105

sing van natriumcarbonaat. De precipitatie werd voltooid door toevoeging van een natriumhydroxideoplossing in een zodanige hoeveelheid, dat de molverhouding alkalimetaal tot nikkel op 2 : 1 wordt gebracht. Het verkregen neerslag, dat na filtratie, wassen en drogen de samenstelling  $\text{NiCO}_3 \cdot 10,5 \text{ Ni(OH)}_2 \cdot 7 \text{ H}_2\text{O}$  bezat, werd bij een pH van 10,5 onderworpen aan de inwerking van een 10-procents oplossing van natriumboorhydride in water (pH = 10) gedurende 60 minuten. Daarna werd het neerslag gefiltreerd, driemaal met methanol gewassen, bij  $350^\circ\text{C}$  gecalcineerd en tenslotte bij  $360 - 380^\circ\text{C}$  gedurende een periode van 10 uren tot een reductiegraad van 0,86 gereduceerd. De verkregen katalysator bevatte op gewichtsbasis 51,1 % Ni en 0,8 % boor, waarbij de rest uit de drager bestond.

De op deze bereide katalysator vertoonde een aanzienlijk grotere activiteit en selectiviteit voor de hydrogenering van cyclooctadien tot cycloocteen in de vloeistoffase in vergelijking met een katalysator, die op dezelfde wijze was bereid, behalve dat het nikkelhydroxidecarbonaat niet behandeld was met natriumboorhydride. De kwantitatieve resultaten, met inbegrip van de omstandigheden van de hydrogeneringsreactie, zijn samengevat in tabel A.

20

Tabel A

Vergelijking tussen het verloop van de hydrogenering van cyclooctadien tot cycloocteen onder toepassing van een katalysator, die bereid is zoals beschreven in voorbeeld I (katalysator A) en een soortgelijke katalysator bereid zonder behandeling met natriumboorhydride (katalysator B).

Reactie-omstandigheden: temperatuur  $30^{\circ}\text{C}$ ; waterstofdruk  $1,0374 \times 10^5$  Pa; katalysatorconcentratie  $0,833$  g Ni per liter reactiemengsel; oplosmiddel n-heptaan.

Tijd (min.)	Katalysator A			Katalysator B		
	Concentratie van de afzonderlijke componenten (mol/liter $\times 10^{-2}$ )					
	D	M	S	D	M	S
0	5,44	0	0	5,38	0	0
5	3,38	1,96	0,04	4,56	0,77	0,05
10	1,84	3,38	0,11	3,90	1,31	0,18
20	0,32	4,56	0,50	2,84	1,97	0,55
30	0,03	4,36	1,02	2,10	2,23	1,01
40	0	3,88	1,54	1,59	2,28	1,48
50	0	3,40	2,02	1,18	2,21	1,98
70	0	2,58	2,86	0,67	1,85	2,84
90	0	1,92	3,50	0,36	1,44	3,54
110	0	1,42	4,04	0,21	1,10	4,06
130	0	1,02	4,44	0,13	0,78	4,48
150	0	0,72	4,72	0,06	0,56	4,75

D : cyclooctadien

M : cycloocteen

S : cyclooctaan

#### Voorbeeld II

Een nikkelnitraatoplossing, die 10 % zilvernitraat bevatte, werd behandeld volgens dezelfde methode als beschreven in voorbeeld I. De katalysator, verkregen bij reductie van het monster bij  $350^{\circ}\text{C}$  tot een reductiegraad van 0,8, bevatte 45,8 gew.% nikkel, 0,53 gew.% boor en 0,5 gew.% zilver, waarbij de rest uit de drager bestond. De katalysator was driemaal actiever en 2,8 maal selectiever voor de hydrogenering van cyclododecatrien tot cyclodeceen in vergelijking met hetzelfde monster, dat niet met natriumboorhydride 10 was behandeld.

8007105

Voorbeeld III

Een precipitatie-reservoir werd gevuld met een suspensie van diatomeeënaarde in een nikkchloride-oplossing, die  $\text{PdCl}_2$  bevatte in een hoeveelheid, die overeenkomt met 0,1 % palladium. Na verwarming tot  $98^\circ\text{C}$  werd het neerslag van nikkhydroxide-carbonaat gevormd door toevoeging van natriumcarbonaat in een hoeveelheid van 2,1 mol per mol nikk. Aan de suspensie in de moederloog werd vervolgens 0,01 mol.% natriumboorhydride toegevoegd en het mengsel met een pH van 13,7 werd 10 minuten bij  $98^\circ\text{C}$  geroerd. Na filtratie, wassen, drogen en calcineren bij  $400^\circ\text{C}$  werd de katalysator bij  $450^\circ\text{C}$  gereduceerd tot een reductiegraad van 0,85. De verkregen katalysator bevatte op gewichtsbasis 58,2 % Ni, 0,85 % B en 0,1 % Pd waarbij de rest uit de drager bestond. De selectiviteit van de katalysator voor de hydrogenering van cyclooctadien tot cycloocteen was vergroot met een factor 3,1 als gevolg van de behandeling met natriumboorhydride.

Voorbeeld IV

Een nikkelnitraatoplossing, die diatomeeënaarde bevatte, werd bij  $30^\circ\text{C}$  geprecipiteerd met natriumhydroxide in een hoeveelheid van 1,5 mol per mol nikk. De verkregen suspensie van nikkeldihydroxide werd gemengd met een natriumboorhydrideoplossing (0,6 mol boorhydride per mol nikk) en 60 minuten tot  $70 - 80^\circ\text{C}$  verwarmd. Na filtratie, wassen, drogen, calcineren bij  $300^\circ\text{C}$  en reductie bij  $350^\circ\text{C}$  tot een reductiegraad van 0,63, bevatte de verkregen katalysator 28 gew.% nikk en 0,3 gew.% boor. De katalysator vertoonde een 5,3 maal grotere selectiviteit voor de hydrogenering van cyclooctadien tot cycloocteen in vergelijking met een soortgelijk monster, dat niet met het alkalimetaalboorhydride was behandeld.

Voorbeeld V

Een roestvrij stalen autoclaaf, voorzien van een schoepenwielroerder werd gevuld met 80 g geraffineerde raapolie met tot een minimum teruggebracht gehalte erusinezuur en met een katalysator, die 3,8 gew.% boor en 27 gew.% nikk bevatte, waarbij 48 % van de laatstgenoemde in de vorm van nikkmetaal. De hoeveelheid katalysator was 0,04 gew.% nikk op basis van het gewicht van de verwerkte olie. De hydrogenering werd bij  $180^\circ\text{C}$  bij een waterstofdruk van  $1,52 \times 10^5$  Pa uitgevoerd. De veranderingen in de samenstelling van het produkt gedurende de hydrogenering zijn in tabel B gegeven, die duidelijk zowel de grote selectiviteit als de grote activiteit van de katalysator laat zien. De kwaliteit van de verkregen produk-

8007105

ten voldoen aan de eisen voor verdere verwerking tot bestanddelen van slaolie, mayonnaise, margarine, diabetenvet, enz..

Tabel B

Hydrogenering van raapolie met tot een minimum teruggebracht gehalte erusinezuur onder de in voorbeeld V vermelde omstandigheden.

Tijd (min.)	Jood- getal	Vetzuurgehalte (gew.%)			
		stearine- zuur	oliezuur	linolzuur	linoleenzuur
0	115	2,6	59,2	21,3	7,3
3	111	2,8	62,7	19,3	5,7
5	104	2,9	66,7	16,7	4,0
7	98	3,1	70,2	14,8	2,3
9	95	3,3	73,5	12,9	0,9
12	89	3,5	76,8	9,8	0
15	85	3,7	80,7	5,7	0
17	79	5,5	83,0	3,0	0
20	76	9,7	82,0	0	0
24	70	15,2	77,1	0	0
30	63	21,0	71,7	0	0
36	59	26,7	66,2	0	0
45	55	32,3	60,7	0	0

Voorbeeld VI

Onder toepassing van dezelfde autoclaaf, zoals beschreven in voorbeeld V, werden 80 g zonnebloemolie met de volgende samenstelling gehydrogeneerd:

zuur	gew.%	zuur	gew.%
palmitine	6,73	arachide	0,54
palmitoolie	0,14	eicoseen	0,76
stearine	3,96	beheen	0,81
olie	20,28	erucine	4,95
linol	61,83		

Het joodgetal, bepaald volgens de methode van Wijs bleek 129 te zijn. De katalysator van de voorafgaande bewerking werd gefiltreerd en in kringloop gebracht in een hoeveelheid van 0,03 gew.% nikkelsel. De hydrogenering werd uitgevoerd bij 140°C en een waterstofdruk van  $1,52 \times 10^5$  Pa. Na 160 minuten bereikte het smeltpunt van het produkt een waarde van 33,2°C en het produkt had de hoedanigheid, die vereist is voor een verdere verwerking tot margarine.

8007105

Voorbeeld VII

80 g vetzuren met een joodgetal van 56 gedestilleerd uit  
dierlijke vetten werd<sup>en</sup> gehydrogeneerd in dezelfde autoclaaf zoals  
beschreven in voorbeeld V. De hydrogenering werd uitgevoerd bij  
5 200°C en een waterstofdruk van  $2,354 \times 10^6$  Pa bij aanwezigheid van  
een katalysator, die 0,25 gew.% boor en 45 gew.% nikkel bevatte,  
waarbij 87 % van de laatstgenoemde in de vorm van nikkelmetaal was.  
De hoeveelheid katalysator was 0,43 gew.% nikkel betrokken op het  
gewicht van de verwerkte vetzuren. Na 90 minuten was een joodgetal  
10 van 2,5 bereikt.

8007105

C O N C L U S I E S

1. Katalysator op nikkelbasis aangebracht op een anorganische drager zoals diatomeeënaarde, aluminiumoxide of silicagel, die 10 tot 85 gew.% nikkel , waarvan 40 tot 99 % gevormd wordt, bevat.  
5 door nikkel in de vorm van het metaal, en 0,05 tot 6,7 gew.% boor, /

2. Katalysator volgens conclusie 1, m e t h e t k e n -  
m e r k, dat de katalysator 0,1 tot 10 gew.% koper, zilver, chroom,  
zirkoon, thorium, tin, rhenium of een van de metalen van groep VIII  
van het periodieke systeem of een mengsel van ten minste twee van  
10 deze metalen bevat.

3. Werkwijze ter bereiding van een katalysator op nikkelbasis volgens conclusie 1, m e t h e t k e n m e r k, dat men

- (1) een suspensie van een anorganische drager in een nikkelzoutoplossing precipiteert met een alkali,
- 15 (2) het mengsel van de anorganische drager en het neergeslagen nikkel-dihydroxide en/of nikkelhydroxidecarbonaat met een samenstelling  $\text{NiCO}_3 \cdot x \text{Ni(OH)}_2 \cdot y \text{H}_2\text{O}$ , waarin x een getal van 1 tot en met 30 is en y een willekeurig getal is, onderwerpt aan de inwerking van een alkalische boorhydride-oplossing in  
20 een hoeveelheid van 0,005 tot 1,25 mol boorhydride per mol nikkel, bij een temperatuur tussen 20 en 100°C en bij een pH van meer dan 10 gedurende een periode van 5 tot 60 minuten,
- (3) de verkregen massa was en droogt,
- (4) bij een temperatuur tussen 300 en 500°C calcineert, en
- 25 (5) bij een temperatuur tussen 250 en 480°C reduceert tot een reductiegraad, die varieert van 0,40 tot 0,99.

4. Werkwijze ter bereiding van een katalysator op nikkelbasis volgens conclusie 2, m e t h e t k e n m e r k, dat men

- (1) een suspensie van een anorganische drager in een nikkelzout-  
30 suspensie precipiteert met een alkali,
- (2) een mengsel van de anorganische drager, het neergeslagen nikkel-dihydroxide en/of nikkelhydroxidecarbonaat met een samenstelling  $\text{NiCO}_3 \cdot x \text{Ni(OH)}_2 \cdot y \text{H}_2\text{O}$ , waarin x een getal van 1 tot en met 30 is en y een willekeurig getal is, en een zout van  
35 koper, zilver, chroom, zirkoon, thorium, tin, rhenium en een van de metalen van groep VIII van het periodieke systeem of een mengsel van ten minste twee van de zouten in een hoeveelheid overeenkomend met 0,1 tot 10 gew.% van het metaal, onderwerpt aan de inwerking van een alkalische boorhydride-oplos-  
40 sing in een hoeveelheid van 0,005 tot 1,25 mol boorhydride

8007105

per mol nikkel bij een temperatuur tussen 20 en 100°C en bij een pH van meer dan 10 gedurende een periode van 5 tot 60 minuten,

- (3) de verkregen massa wast en droogt,
- 5 (4) bij een temperatuur tussen 300 en 500°C calcineert, en
- (5) bij een temperatuur tussen 250 en 480°C reduceert tot een reductiegraad die varieert van 0,40 tot 0,99.

5. Werkwijze voor de hydrogenering van meervoudig onverzadigde organische verbindingen tot de overeenkomstige ten dele of geheel  
10 verzadigde verbindingen in de vloeistoffase, met het  
k e n m e r k, dat men waterstof bij een druk van  $1,013 \times 10^5$  tot  $2,7 \times 10^6$  Pa in aanraking brengt met een meervoudig onverzadigde organische verbinding bij een temperatuur tussen 30 en 240°C bij aanwezigheid van een katalysator op nikkelbasis volgens conclusie 1  
15 of 2, gedurende een zodanige tijdsperiode, dat een vereiste samenstelling van het produkt verkregen wordt.

6. Werkwijze voor de hydrogenering van onverzadigde vetzuren en/of hun glyceriden tot de overeenkomstige ten dele of geheel verzadigde verbindingen in de vloeistoffase, met het k e n -  
20 m e r k, dat men waterstof bij een druk van  $1,013 \times 10^5$  tot  $2,7 \times 10^6$  Pa in aanraking brengt met een onverzadigd vetzuur of een mengsel van onverzadigde vetzuren en/of hun glyceriden bij een temperatuur tussen 80 en 240°C bij aanwezigheid van een katalysator op nikkelbasis volgens conclusie 1 of 2, gedurende een zodanige tijd,  
25 dat de vereiste samenstelling van het produkt verkregen wordt.

7. Werkwijze volgens conclusie 6, met het k e n -  
m e r k, dat men een hoeveelheid katalysator toepast tussen 0,01 en 2 gew.% nikkelmetaal op basis van het gewicht van de verwerkte grondstof.

30 8. Werkwijze volgens conclusie 7, met het k e n -  
m e r k, dat men een hoeveelheid katalysator toepast tussen 0,02 en 0,06 gew.% nikkelmetaal op basis van het gewicht van de verwerkte grondstof.

35 9. Ten dele of geheel verzadigde organische verbindingen in hoofdzaak bereid zoals hier beschreven onder toepassing van een katalysator op nikkelbasis volgens conclusie 1 of 2.

\* \* \* \* \*