



AMT FÜR ERFINDUNGS- UND PATENTWESEN

In der vom Anmelder eingereichten Fassung veröffentlicht

(21) WP B 01 J / 294 190 2

(22) 08.09.86

(44) 23.12.87

(71) VEB Leuna-Werke „Walter Ulbricht“, Leuna 3, 4220, DD

(72) Schödel, Rainer, Dr. Dipl.-Chem.; Lambrecht, Wolfgang, Dr. Dipl.-Chem.; Denzin, Manfred, DD

(54) Verfahren zur komplexen Kennzeichnung von Nickelhydrierkatalysatoren und Vorrichtung

(55) Katalysatorkennzeichnung, Eigenschaftsbestimmung von Nickelhydrierkatalysatoren, Katalysatoranalysenverfahren, Katalysatoranalysenvorrichtung, Nickelhydrierkatalysatoren

(57) Die Erfindung ermöglicht eine Qualitätskontrolle. Erfindungsgemäß werden 200 bis 2000 mg des Katalysators mit einem Ar-H₂-Gemisch mit 60 bis 90 Vol.-% H₂ bei einer Belastung von 2000 bis 15000 v/vh mit einer Aufheizgeschwindigkeit von 3 bis 20 K/min auf 673 bis 723 K aufgeheizt, 30 min bei dieser Temperatur belassen und dabei wird der Wasserstoffverbrauch ermittelt, anschließend wird 90 min mit Wasserstoff nachreduziert, im Wasserstoffstrom auf Reaktionstemperatur abgekühlt, die Hydrieraktivität ermittelt, danach im Wasserstoffstrom schockartig auf die Ausheiztemperatur aufgeheizt, 30 min im Heliumstrom bei dieser Temperatur gespült und anschließend auf Raumtemperatur abgekühlt. Nach Erreichen der Raumtemperatur wird von einem Teil des Katalysators der Reduktionsgrad bestimmt. An dem im Reaktor verbleibenden Katalysator wird durch Chemisorption eines NH₃-CO-Gemisches die Metalloberfläche und die Acidität sowie die TPD-Spektren von adsorbiertem CO timmt. Nachfolgend wird der Einfluß der H₂S-Vergiftung auf die Hydrieraktivität gemessen. Die ndungsgemäße Apparatur besteht aus den Bauteilen Gasumsteller für drei Gase, Wärmeleitfähigkeitszelle, umsteller 1 für zwei Gase, Dosiervorrichtung für die H₂S-H₂- bzw. CO-NH₃-Gemische, Reaktor, bestehend aus zwei r einen Schliff ineinander verbundenen Rohre mit jeweils einer Frittenplatte, Gasumsteller 2 für zwei Gase, chromatograph mit Dosiervorrichtung, Ausfrierrohr und Säule für die Trennung von CO und NH₃.



(12) Wirtschaftspatent

Erteilt gemäß § 17 Absatz 1 Patentgesetz

(19) DD (11) 252 552 A1

4(51) B 01 J 23/74
C 10 G 45/48

AMT FÜR ERFINDUNGS- UND PATENTWESEN

In der vom Anmelder eingereichten Fassung veröffentlicht

(21) WP B 01 J / 294 190 2

(22) 08.09.86

(44) 23.12.87

(71) VEB Leuna-Werke „Walter Ulbricht“, Leuna 3, 4220, DD

(72) Schödel, Rainer, Dr. Dipl.-Chem.; Lambrecht, Wolfgang, Dr. Dipl.-Chem.; Denzin, Manfred, DD

(54) Verfahren zur komplexen Kennzeichnung von Nickelhydrierkatalysatoren und Vorrichtung

(55) Katalysatorkennzeichnung, Eigenschaftsbestimmung von Nickelhydrierkatalysatoren, Katalysatoranalysenverfahren, Katalysatoranalysenvorrichtung, Nickelhydrierkatalysatoren

(57) Die Erfindung ermöglicht eine Qualitätskontrolle. Erfindungsgemäß werden 200 bis 2000 mg des Katalysators mit einem Ar-H₂-Gemisch mit 60 bis 90 Vol.-% H₂ bei einer Belastung von 2000 bis 15000 v/vh mit einer Aufheizgeschwindigkeit von 3 bis 20 K/min auf 673 bis 723 K aufgeheizt, 30 min bei dieser Temperatur belassen und dabei wird der Wasserstoffverbrauch ermittelt, anschließend wird 90 min mit Wasserstoff nachreduziert, im Wasserstoffstrom auf Reaktionstemperatur abgekühlt, die Hydrieraktivität ermittelt, danach im Wasserstoffstrom schockartig auf die Ausheiztemperatur aufgeheizt, 30 min im Heliumstrom bei dieser Temperatur gespült und anschließend auf Raumtemperatur abgekühlt. Nach Erreichen der Raumtemperatur wird von einem Teil des Katalysators der Reduktionsgrad bestimmt. An dem im Reaktor verbleibenden Katalysator wird durch Chemisorption eines NH₃-CO-Gemisches die Metalloberfläche und die Acidität sowie die TPD-Spektren von adsorbiertem CO

Zur PS Nr. 252 552

ist eine Zweitschrift erschienen.

(Teilweise bestätigt gem. § 18 Abs.1 d. Änd.Ges.z.Pat.Ges.)

zelle,
und aus zwei
iase,

Patentansprüche:

1. Verfahren zur komplexen Bestimmung der Eigenschaften von Ni-Trägerkatalysatoren durch Ermittlung des Thermoreduktionsverhaltens, der katalytischen Hydrieraktivität, des Reduktionsgrades, der Metalloberfläche, der Acidität, der TPD-Spektren von adsorbiertem CO und der Giftempfindlichkeit der katalytischen Hydrieraktivität, **gekennzeichnet dadurch**, daß man 200 bis 2000 mg des Katalysators mit einem Ar-H₂-Gemisch mit 60 bis 90 Vol.-% H₂ bei einer Belastung von 2000 bis 15000 v/vh mit einer Aufheizgeschwindigkeit von 3 bis 20 K/min auf 673 bis 723 K aufheizt, 30 min bei dieser Temperatur beläßt, während des Aufheiz- und Ausheizvorganges den Wasserstoffverbrauch katharometrisch bestimmt, danach 90 min mit Wasserstoff reduziert, anschließend im Wasserstoff auf Reaktionstemperatur abkühlt, bei Reaktionstemperatur mit dem Reaktantengemisch beschickt und nach mindestens 45 min die katalytische Hydrieraktivität bestimmt, danach schockartig im Wasserstoffstrom bei einer Belastung von 15000 bis 20000 v/vh auf die Ausheiztemperatur hochheizt, bei dieser Temperatur 30 min mit Helium bei einer Gasbelastung von 10000 bis 20000 v/vh spült, danach schockartig im Heliumstrom auf Raumtemperatur abkühlt, ein Teil des Katalysators mit 1 ml bis 2 ml Wasser benetzt und nachfolgend außerhalb des Reaktors mit 18%iger Salzsäure umgesetzt und die dabei gebildete Wasserstoffmenge volumetrisch zur Bestimmung des Reduktionsgrades ermittelt, den im Reaktor verbleibenden Teil bei Raumtemperatur mit 1 ml Gasimpulsen, bestehend aus einem CO-NH₃-Gemisch mit 25 bis 50 Vol.-% CO, bis zur Sättigung der Katalysatoroberfläche mit beiden Gasen behandelt und die aufgenommenen Gasmengen katharometrisch bestimmt, anschließend mit einer Aufheizgeschwindigkeit von 10 bis 20 K/min linear auf die Ausheiztemperatur aufheizt, dabei die desorbierte CO-Menge in Abhängigkeit von der Temperatur katharometrisch bestimmt, nach Erreichen der Ausheiztemperatur 15 min bei dieser Temperatur mit Wasserstoff behandelt, danach auf Reaktionstemperatur abkühlt, bei Reaktionstemperatur mit dem Reaktantengemisch beschickt, nach mindestens 45 min die katalytische Hydrieraktivität bestimmt, anschließend im Abstand von 15 min ein bis 10 mol mit 1 ml Gasimpulsen, bestehend aus einem H₂S-H₂-Gemisch mit 20 Vol.-% H₂S, beladet, die aufgenommene H₂S-Menge katharometrisch bestimmt und unmittelbar nach der Messung der H₂S-Menge im Reaktionsgas die Hydrieraktivität bestimmt.
2. Vorrichtung zur komplexen Kennzeichnung von Ni-Trägerkatalysatoren, **gekennzeichnet dadurch**, daß folgende Bauelemente nacheinander geschaltet sind: Gasumsteller für die drei Gase: Helium, Wasserstoff und Argon-Wasserstoff-Gemisch, Vergleichskammer der Wärmeleitfähigkeitszelle, Gasumsteller 1 für die zwei Gase: Gas aus dem Gasumsteller für drei Gase und Reaktantengemisch, Dosiervorrichtung für die H₂S-H₂- bzw. CO-NH₃-Gemische, Reaktor, bestehend aus zwei über einen Schliff ineinander verbundenen Rohre mit jeweils einer Frittenplatte, wobei das innen angeordnete Reaktionsrohr unter strömenden Bedingungen aus der Ofenzone genommen werden kann, ein Gasumsteller 2 für zwei Gase, dessen Ausgang A mit einer Dosiervorrichtung für die gaschromatographische Analyse der Reaktionsprodukte und Ausgang B, der über ein Ausfrierrohr und eine Säule für die Trennung von CO und NH₃ mit der Meßkammer der Wärmeleitfähigkeitszelle verbunden ist.

Anwendungsgebiet der Erfindung

Die vorliegende Erfindung betrifft ein Verfahren zur Bestimmung der physikalisch-chemischen Eigenschaften von Ni-haltigen Hydrierkatalysatoren sowie eine Vorrichtung zur Durchführung dieses Verfahrens. Das bevorzugte Anwendungsgebiet des Verfahrens ist die katalytische und oberflächenchemische Charakterisierung von Ni-SiO₂, Ni-SiO₂-Al₂O₃, Ni-Al₂O₃-Cr₂O₃, Ni-Al₂O₃- und Ni-Cr₂O₃-Katalysatoren.

Charakteristik des bekannten Standes der Technik

Die Bestimmung der Metalloberfläche, der Acidität, des Reduktionsgrades, der Thermodesorption von sorbierten Molekülen, des Thermoreduktionsverhaltens und der katalytischen Hydrieraktivität ist hinreichend bekannt (z. B. Kinetika i Kataliz 11 [1970], 759, Coll. Czech. Chem. Communic. 37 [1972], 2544, Applied Catal. 19 [1985], 287). Die physikalisch-chemischen Kenngrößen

werden jedoch an verschiedenen Apparaturen gemessen, so daß die Provenienz des Katalysators sehr häufig unterschiedlich ist und die Korrelation der Meßdaten häufig zu ungelösten Problemen führt. Zudem ist diese Verfahrensweise sehr zeit- und kostenaufwendig. In den Patentschriften DD 220826 A 1 und DD 220827 A 1 werden Verfahren und Vorrichtung zur kombinierten Aktivitäts- und Dispersitätsbestimmung bzw. zur kombinierten Aktivitäts- und Aciditätsbestimmung beschrieben. Diese Apparaturen ermöglichen die Bestimmung der Aktivität und Dispersität bzw. Aktivität und Acidität von formierten Katalysatoren. Weiterhin sind Untersuchungen an formierten Katalysatoroberflächen mit modernen Oberflächenanalysenverfahren wie AES, ESCA, SIMS u. a. (z. B. J. Vác. Sci Technol. 13 [1976], 1091, J. Catal. 63 [1980], 226) bekannt. Diese Verfahren sind jedoch für die Charakterisierung einer Vielzahl von Katalysatoren zu kostenaufwendig.

Verfahren zur simultanen Bestimmung der Metalloberfläche und der Acidität von Metall-Trägerkatalysatoren sind in den Patentschriften DD 227245 A 1 und DD 228067 A 1 beschrieben.

SERRANO und CARBERRY (Applied Catal. 19 [1985], 119) beschreiben eine Apparatur zur in situ-Kennzeichnung von Katalysatoren. Diese Apparatur ermöglicht die Untersuchung der temperaturprogrammierten Reduktion (TPR) und Desorption (TPD), der Chemisorption zur Bestimmung der Metalldispersität und der katalytischen Eigenschaften von Katalysatoren. Die Autoren berichten über die Einsatzmöglichkeiten der Apparatur für die Untersuchung von Problemstellungen an verschiedenen Katalysatortypen.

Die bekannten Verfahren und Apparaturen ermöglichen keine komplexen Untersuchungen an der formierten Oberfläche von Ni-Trägerkatalysatoren zur Bestimmung des Reduktionsgrades, des Thermoreduktionsverhaltens, der Thermodesorption von adsorbierten Molekülen, der Metalloberfläche, der Acidität, der katalytischen Hydrieraktivität und der Giftempfindlichkeit.

Ziel der Erfindung

Ziel der Erfindung ist ein Verfahren und eine Vorrichtung zur komplexen Charakterisierung von Ni-Trägerkatalysatoren durch Bestimmung des Thermoreduktionsverhaltens, der katalytischen Hydrieraktivität, der Metalloberfläche, der Acidität, der TPD von adsorbiertem CO, des Reduktionsgrades und der Giftempfindlichkeit der katalytischen Hydrieraktivität mit einer hohen Aussagefähigkeit und einem geringen Aufwand an Zeit, Energie und Material.

Darlegung des Wesens der Erfindung

Der Erfindung liegt die Aufgabe zugrunde, ein Verfahren und eine Vorrichtung zur komplexen Bestimmung der Eigenschaften von Ni-Trägerkatalysatoren zu entwickeln, die es gestatten, mit einem möglichst geringen Kostenaufwand an ein und derselben Katalysatorprobe zuverlässige und aussagekräftige Kenngrößen für das Thermoreduktionsverhalten, die Metalloberfläche, die Acidität, die TPD-Spektren von adsorbiertem CO, die katalytische Hydrieraktivität und die Giftempfindlichkeit zu erhalten. Diese Aufgabe wird erfindungsgemäß gelöst, indem man 200 bis 2000 mg des Katalysators mit einem Ar-H₂-Gemisch mit 60 bis 90 Vol.-% H₂ bei einer Belastung von 2000 bis 15000 v/vh mit einer Aufheizgeschwindigkeit von 3 bis 20 K/min auf 673 bis 723 K aufheizt, 30 min bei dieser Temperatur beläßt, während des Aufheizvorganges den Wasserstoffverbrauch katharometrisch bestimmt, danach 90 min mit Wasserstoff reduziert, anschließend im Wasserstoff auf Reaktionstemperatur abkühlt, bei Reaktionstemperatur mit dem Reaktantengemisch beschickt und nach mindestens 45 min die katalytische Hydrieraktivität bestimmt, danach schockartig im Wasserstoffstrom bei einer Belastung von 15000 bis 20000 v/vh auf die Ausheiztemperatur hochheizt, bei dieser Temperatur 30 min mit Helium bei einer Gasbelastung von 10000 bis 20000 v/vh spült, danach schockartig im Heliumstrom auf Raumtemperatur abkühlt, ein Teil des Katalysators mit 1 ml bis 2 ml Wasser benetzt und nachfolgend außerhalb des Reaktors mit 18%iger Salzsäure umsetzt und die dabei gebildete Wasserstoffmenge volumetrisch zur Bestimmung des Reduktionsgrades ermittelt, den im Reaktor verbleibenden Teil bei Raumtemperatur mit 1 ml Gasimpulsen, bestehend aus einem CO-NH₃-Gemisch mit 25 bis 50 Vol.-% CO, bis zur Sättigung der Katalysatoroberfläche mit beiden Gasen behandelt und die aufgenommenen Gasmengen katharometrisch bestimmt, anschließend mit einer Aufheizgeschwindigkeit von 10 bis 20 K/min linear auf die Aufheiztemperatur aufheizt, dabei die desorbierte CO-Menge in Abhängigkeit von der Temperatur katharometrisch bestimmt, nach Erreichen der Ausheiztemperatur 15 min bei dieser Temperatur mit Wasserstoff behandelt, danach schockartig auf Reaktionstemperatur abkühlt, bei Reaktionstemperatur mit dem Reaktantengemisch beschickt, nach mindestens 45 min die katalytische Hydrieraktivität bestimmt, anschließend im Abstand von 15 min 1 bis 10 ml mit 1 ml Gasimpulsen, bestehend aus einem H₂S-H₂-Gemisch mit 20 Vol.-% H₂S, beladet, die aufgenommene H₂S-Menge katharometrisch bestimmt und unmittelbar nach der Messung der H₂S-Menge im Reaktionsgas die Hydrieraktivität bestimmt. Diese Aufgabe wird weiterhin durch eine Vorrichtung zur komplexen Kennzeichnung von Ni-Trägerkatalysatoren erfindungsgemäß dadurch gelöst, daß folgende Bauelemente nacheinander geschaltet sind: Gasumsteller für die drei Gase: Helium, Wasserstoff und Argon-Wasserstoff-Gemisch, Vergleichskammer der Wärmeleitfähigkeitszelle, Gasumsteller 1 für die zwei Gase, Gas aus dem Gasumsteller für die H₂S-H₂- bzw. CO-NH₃-Gemische, Reaktor, bestehend aus zwei über einen Schließ in einander verbundenen Rohre mit jeweils einer Frittenplatte, wobei das innen angeordnete Reaktionsrohr unter strömenden Bedingungen aus der Ofenzone genommen werden kann, ein Gasumsteller 2 für zwei Gase, dessen Ausgang A mit einer Dosiervorrichtung für die gaschromatographische Analyse der Reaktionsprodukte und Ausgang B, der über ein Ausfrierrohr und eine Säule für die Trennung von CO und NH₃ mit der Meßkammer der Wärmeleitfähigkeitszelle verbunden ist. Überraschenderweise wurde gefunden, daß nach dem erfindungsgemäßen Verfahren die an einer Ni-Trägerkatalysatorprobe erhaltenen Ergebnisse aussagekräftiger als die nach den bekannten Verfahren erhaltenen Ergebnisse sind. Zudem werden die Kenngrößen des Katalysators nach dem erfindungsgemäßen Verfahren mit einem wesentlich geringeren Kostenaufwand erhalten. Wesentlich für das erfindungsgemäße Verfahren ist, daß die physikalisch-chemische Charakterisierung an der gleichen Katalysatorprobe und in der beschriebenen Reihenfolge vorgenommen wird. Wesentlich für das erfindungsgemäße Verfahren ist weiterhin, daß für die Thermoreduktionsuntersuchungen Ar-H₂-Gemische mit 60 bis 90 Vol.-% H₂ eingesetzt werden. Wichtig ist außerdem, daß die Probe nach der ersten katalytischen Prüfung schockartig im Wasserstoffstrom auf Ausheiztemperatur hochgeheizt wird.

Für die Durchführung des Verfahrens ist ferner wichtig, daß ein Reaktor zum Einsatz kommt, der zwei übereinander angeordnete Frittenplatten enthält, auf denen sich der zu charakterisierende Katalysator befindet, wobei die obere Frittenplatte unter Strömungsbedingungen aus der Ofenzone gezogen werden kann und der Katalysator für die Bestimmung des Reduktionsgrades zunächst mit Wasser benetzt und anschließend mit 18%iger Salzsäure umgesetzt werden kann.

Die Dosiervorgänge und Gasumschaltungen werden mittels automatischer Steuerungen vorgenommen. Die Temperaturführung des Charakterisierungsverfahrens wird zweckmäßigerweise mikrorechnergestützt geregelt. Zur Auswertung der TPR- und TPD-Spektren, der Aciditätsmessungen, der katalytischen Messungen und der Metalloberflächenmessungen wird ein mit der Apparatur gekoppelter Mikrorechner eingesetzt.

Ausführungsbeispiel

Zwei verschieden hergestellte Ni-SiO₂-Katalysatoren A (41,5 Ma.-% Ni) und B (41,8 Ma.-% Ni) wurden nach folgendem erfindungsgemäßen Verfahren und mit der erfindungsgemäßen Apparatur untersucht: 500 mg des Katalysators werden in den Reaktor so eingebaut, daß auf der unteren Fritte 200 mg und auf der oberen Fritte 300 mg angeordnet sind. Die Katalysatorprobe wird in einem Ar-H₂-Gemisch (5 l/h) mit 70 Vol.-% H₂ mit einer Aufheizgeschwindigkeit von 10 K/min auf 723 K hochgeheizt und 30 min bei dieser Temperatur belassen. Dabei wird das entstehende Reaktionswasser ausgefroren und der Wasserstoffverbrauch katharometrisch in Abhängigkeit von der Reduktionstemperatur gemessen. Dazu strömt das Ar-H₂-Gemisch über den Ausgang B des Gasumstellers 2 für zwei Gase, das Ausfrierrohr und die Säule für die CO-NH₃-Trennung zur Meßkammer der Wärmeleitfähigkeitszelle.

Nach der Thermoreduktionsuntersuchung wird die Probe 90 min bei 723 K mit Wasserstoff (10 l/h) reduziert, anschließend schockartig auf 353 K abgekühlt und bei dieser Temperatur mit einem Wasserstoff-Benzen-Gemisch (Molverhältnis = 10:1) beschickt. Die Belastung beträgt 5,81 g Benzen/g × h. In dieser Untersuchungsphase strömt das aus dem Reaktor kommende Reaktionsgemisch über den Ausgang A des Gasumstellers 2 für zwei Gase zum Probegeber für die gaschromatographische Analyse. Nach 45 min erfolgt die automatische Dosierung zur gaschromatographischen Analyse des Reaktionsgemisches. Anschließend wird die Katalysatorprobe schockartig mit Wasserstoff (10 l/h) auf 723 K hochgeheizt und anschließend 30 min mit Helium (5 l/h) gespült. Danach wird die Probe schockartig auf Raumtemperatur im Heliumstrom abgekühlt. Nach Erreichen der Raumtemperatur wird der auf der oberen Frittenplatte des Reaktors befindliche Katalysator mit 1 ml Wasser benetzt und außerhalb des Reaktors mit 18%iger Salzsäure umgesetzt, wobei das gebildete Wasserstoffvolumen gemessen wird. Der im Reaktor verbleibende Katalysator wird anschließend im Abstand von 10 min mit 1 ml Gasimpulsen, bestehend aus einem CO-NH₃-Gemisch mit 50 Vol.-% CO, bis zur Sättigung der Oberfläche mit beiden Adsorptiven behandelt. Die aufgenommenen Gasmengen werden katharometrisch bestimmt. Hierzu wird der Gasumsteller 2 für zwei Gase so geschaltet, daß der Ausgang B des Gasumstellers mit dem Reaktorausgang verbunden ist und die mit Cekachrom 3 gefüllte Säule während jeder Dosierung bei 195 K temperiert. Nach 7 min wird das vom Katalysator nicht aufgenommene NH₃ von der Säule durch Erwärmen auf 353 K desorbiert und katharometrisch gemessen. Anschließend wird die mit Cekachrom 3 gefüllte Säule wiederum bei 195 K temperiert.

Nach der Sättigung der Katalysatoroberfläche mit NH₃ und CO wird die Katalysatorprobe im Heliumstrom (5 l/h) mit einer Aufheizgeschwindigkeit von 20 K/min auf 723 K hochgeheizt und dabei die desorbierte CO-Menge in Abhängigkeit von der Temperatur katharometrisch bestimmt. Dazu wird die mit Cekachrom 3 gefüllte Trennsäule bei 195 K temperiert. Nach der Aufnahme des TPD-Spektrums wird der Katalysator 15 min bei 723 K mit Wasserstoff behandelt, anschließend im Wasserstoffstrom schockartig auf 353 K abgekühlt, mit dem Wasserstoff-Benzen-Gemisch beschickt und nach 45 min die analytische Zusammensetzung des Reaktionsgases bestimmt. Nach weiteren 15 min wird in das Reaktantengemisch 1 ml eines H₂-H₂S-Gasgemisches mit 20 Vol.-% H₂S dosiert. Der Reaktorausgang ist dabei zur Bestimmung der aufgenommenen H₂S-Menge über den Ausgang B des Gasumstellers 2 für zwei Gase mit der Meßkammer der Wärmeleitfähigkeitszelle verbunden. Das Kohlenwasserstoffgemisch wird vor der Wärmeleitfähigkeitszelle im Ausfrierrohr kondensiert. Nach der Messung der H₂S-Konzentration wird erneut die analytische Zusammensetzung des Reaktionsgases bestimmt. In der Tabelle 1 sind die Ergebnisse des erfindungsgemäßen Verfahrens den Ergebnissen gegenübergestellt, die an den einzelnen Meßapparaturen zur Bestimmung der physikalischen Eigenschaften erhalten worden sind.

Die Tabelle verdeutlicht, daß das erfindungsgemäße Verfahren eine wesentlich aussagekräftigere Kennzeichnung ermöglicht. Weiterhin werden die Meßdaten mit einem geringeren Zeil-, Material- und Energieaufwand erhalten.

Tabelle 1

Kenngrößen	erfindungsgemäßes Beispiel		Vergleichsbeispiel	
	Kat. A	Kat. B	Kat. A	Kat. B
Hydrieraktivität 1 in m mol C ₆ H ₁₂ /g Kat. × h ²⁾	29,3	18,0	28,9	18,1
Hydrieraktivität 2 in m mol C ₆ H ₁₂ /g Kat. × h	29,1	18,0	— ¹⁾	—
Hydrieraktivität 3 in m mol C ₆ H ₁₂ /g Kat. × h	24,6	12,4	— ¹⁾	—
Metalloberfläche in m ² /g Kat.	34,9	20,3		
Acidität in μmol NH ₃ /g Kat.	189,4	215,4	285,9	271,4

Kenngrößen	erfindungsgemäßes Beispiel		Vergleichs- beispiel	
	Kat. A	Kat. B	Kat. A	Kat. B
TPD-Spektren				
Lage des Peakmax. 1 in K	438	430	442	433
Lage des Peakmax. 2 in K	623	611	628	613
Anteil der Chemisorptionsform 1	82,5	80,1	83,4	83,2
Reduktionsgrad	95,4	92,3	95,3	92,4
aufgenommene H ₂ S-Menge in $\mu\text{mol H}_2\text{S/g Kat.}$	7,8	7,9	— ¹⁾	—

¹⁾ an den einzelnen Apparaturen nicht meßbar

²⁾ Hydrieraktivität 1 nach 45 min an 500 mg Kat.
Hydrieraktivität 2 nach 90 min an 200 mg Kat.
Hydrieraktivität 3 nach Vergiftung mit H₂S