

MINISTÈRE DES
AFFAIRES ÉCONOMIQUES,
DES CLASSES MOYENNES,
ET DE L'AGRICULTURE

SERVICE
DE LA PROPRIÉTÉ INDUSTRIELLE

No. 429.795

ROYAUME DE BELGIQUE



BREVET D'INVENTION

Le Ministre des Affaires Économiques, des Classes Moyennes et de l'Agriculture,

Vu la loi du 24 mai 1854;

Vu la convention d'union pour la protection de la propriété industrielle;

Vu le procès-verbal dressé le 19 août 1938 à 12 h 25,

au Greffe du Gouvernement provincial du Brabant;

ARRÊTE :

Article 1. — Il est délivré à Fauhrchemie Aktiengesellschaft
in Oberhausen - Herten (Allemagne)
rep. par M^r Ch. Heussen, à Bruxelles,

un brevet d'invention pour Procédé de traitement de
catalyseurs au cobalt usés,

faisant l'objet d'une première demande de brevet qu'elle a déclaré avoir déposée
en Allemagne le 25 septembre 1937.

Article 2. — Ce brevet lui est décerné sans examen préalable, à ses risques et périls, sans
garantie soit de la réalité, de la nouveauté ou du mérite de l'invention, soit de l'exactitude de la
description, et sans préjudice du droit des tiers.

Au présent arrêté demeurera joint un des doubles de la spécification de l'invention (mémoire
descriptif et éventuellement dessins) signés par l'intéressé et déposés à l'appui de sa demande de
brevet.

Bruxelles, le 30 septembre 1938.

Au nom du Ministre et par délégation :
Le Directeur, chef de service,

g. Capat

Bv. 105

A 1197
A 1203

ROYAUME DE BELGIQUE

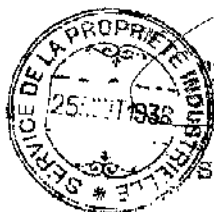
MINISTÈRE DES AFFAIRES ÉCONOMIQUES
DES CLASSES MOYENNES ET DE L'AGRICULTURE

BREVET d'invention n° 429795

DEMANDE DÉPOSÉE, le 19 VIII 1938

BREVET ACCORDÉ par arrêté ministériel du 30 IX 1938

BREVET D'INVENTION



PROCÉDE DE TRAITEMENT DE CATALYSEURS AU COBALT USÉS"

Société dite: RUHRHEMTE AKTIENGESSELLSCHAFT

-X-X-X-X-X-X-X-

Conv. Int.: Priorité d'une demande de brevet d'invention
déposé en Allemagne le 23 septembre 1937.

Quoique les catalyseurs utilisés dans la synthèse de l'essence à partir de mélanges d'oxyde de carbone et d'hydrogène (obtenus par précipitation de métaux agissant catalytiquement en présence de kieselgur) présentent en eux-mêmes une très longue durée, ils absorbent finalement, au cours de la synthèse, de grandes quantités de substances organiques difficilement volatiles qui diminuent progressivement l'efficacité du catalyseur, de sorte que, de temps en temps, il est nécessaire de renouveler les catalyseurs par dissolution dans les acides et précipitation des cons-

tituants agissant catalytiquement. De façon correspondante à la sensibilité naturelle du produit chimique, on utilise pour dissoudre des catalyseurs au cobalt, de l'acide azotique concentré de manière à obtenir, dans cette opération de mise en solution, des solutions de cobalt aussi concentrées que possible. Cette façon de procéder présente cependant l'inconvénient que la solution concentrée de cobalt contient le kieselgur en suspension si fine qu'il n'est possible de séparer le kieselgur qu'en utilisant des moyens tout particuliers et coûteux.

On a constaté, de façon surprenante, qu'en travaillant avec de l'acide azotique dilué, le kieselgur contenu dans le catalyseur se dépose en peu de temps et qu'on peut le séparer facilement de la solution de cobalt. On a constaté qu'il était particulièrement avantageux d'utiliser un acide ayant une teneur d'environ 3 à 5% d'acide azotique libre. En aucun cas, il n'est bon d'utiliser un acide contenant plus de 20% d'acide azotique. Il est particulièrement avantageux d'utiliser pour la mise en solution un acide qui renferme déjà, à l'état dissous, des quantités importantes de nitrate de cobalt. On peut obtenir une lessive de mise en solution de ce genre, par exemple, en ajoutant les quantités nécessaires d'acide azotique à une solution concentrée de nitrate de cobalt. On ajoute alors l'acide azotique nécessaire pour la dissolution de la quantité totale de cobalt à la lessive de mise en solution, pendant l'opération de mise en solution, continuellement ou par étapes, sous forme d'acide azotique concentré, en quantités telles que la teneur de la solution en acide azotique libre reste comprise, par exemple, entre les limites de 3 à 5%. La solution des cata-

lyseurs se fait, de préférence, à des températures comprises entre 70 et 90°, mais, au moins, à une température qui est supérieure au point de fusion de la paraffine contenue dans la masse des catalyseurs. En agitant légèrement, on favorise la mise en solution, toutefois il faut éviter une trop forte agitation. On peut séparer facilement le kieselgur de la solution par décantation ou par simple filtrage. La paraffine se sépare de la solution par refroidissement, sous forme d'un gâteau de paraffine solide.

On va expliquer plus en détail l'invention à l'aide de l'exemple suivant:

On ajoute un catalyseur au cobalt usé (renfermant 55% de paraffine, 15% de cobalt, 2% d'oxyde de thorium, 27% de kieselgur et 1% d'humidité) en quantité de 6,9 kilogs, correspondant à 1,0 kilog de cobalt, dans un récipient de mise en solution, à 100 l d'une solution de nitrate de cobalt renfermant par litre 68 g de cobalt et 50 g d'acide azotique libre. En vingt minutes, on ajoute à la masse, en agitant doucement 4,1 d'acide azotique à 50%, en petites fractions telles que la teneur de la solution en acide azotique libre ne dépasse pas 50 g/l. On maintient la température à 88°. Au bout de 2 heures, la solution du cobalt est terminée et on laisse reposer le mélange de réaction pendant 1/2 heure. Le kieselgur se sépare alors sous forme sableuse et on le retire du récipient de solution avec une partie de la solution de cobalt qui y adhère, on sépare alors le kieselgur de la dite solution par filtration après refroidissement et on lave avec de l'eau distillée. Le kieselgur lavé ne renferme alors plus que de faibles traces de cobalt et de thorium. Après refroidissement de la solution de cobalt restant dans

/le

le récipient, la paraffine qui flotte alors sous forme de couche huileuse sur la solution de cobalt se sépare sous forme de couche solide. On retire de temps en temps cette paraffine et on la purifie par fusion et lavage. Les eaux de lavage obtenues de cette façon sont ramenées dans le récipient de mise en solution. Une partie de la solution de cobalt retirée du récipient de mise en solution sert à préparer le catalyseur désiré, tandis que l'autre partie sert continuellement à dissoudre de nouvelles charges de catalyseur.

RÉSUMÉ

Procédé de traitement de catalyseurs au cobalt utilisés dans la synthèse de l'essence à partir d'oxyde de carbone et d'hydrogène, catalyseur obtenu par précipitation de métaux agissant de façon catalytique en présence de kieselgur, par dissolution dans l'acide azotique et reprécipitation des constituants agissant catalytiquement, caractérisé par les points suivants, ensemble ou séparément:

1° - Les catalyseurs usés sont traités par de l'acide azotique qui ne contient pas plus de 20%, de préférence pas plus de 3 à 5% d'acide azotique libre.

2° - La lessive de mise en solution renferme, en outre de l'acide azotique, les constituants agissant catalytiquement.

3° - La mise en solution des catalyseurs usés se fait à des températures qui ne dépassent pas sensiblement le point de fusion de la paraffine contenue dans les masses catalytiques.

Approuvé :
1 mot ajouté

Bruxelles, le 19 août 1938.
P. Pon.: Sté dite : RUHRCHEMIE
AGRIENGESELLSCHAFT.

