



**BREVET D'INVENTION**

Le Ministre des Affaires Economiques, 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 13 septembre 1938 à 13 h. 10 ;

au Greffe du Gouvernement provincial du Brabant ;

**ARRÊTE :**

Article 1. — Il est délivré Reuchemie Oeltengesellschaft,  
à Oberhausen-Rathen (Allemagne)  
rep. par M<sup>r</sup> O. Heussens, à Bruxelles,

un brevet d'invention pour Procédé de préparation de  
catalyseurs au cobalt et au magnésium pour  
la conversion de mélanges d'oxyde de carbone  
et d'hydrogène

faisant l'objet d'une première demande de brevet qu'elle a déclaré avoir déposée  
en Allemagne le 27 septembre 1937.

Article 2. — Ce brevet lui est délivré 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 31 octobre 1938.

Au nom du Ministre et par délégation :

Le Directeur, chef de service,

*g. Lafont*

A. 1220

A

ROYAUME DE BELGIQUE

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

**BREVET d'invention n° 430164**

DEMANDE DÉPOSÉE, le 13 IX. 1938

BREVET ACCORDÉ par arrêté ministériel du 31 X. 1938

BREVET D'INVENTION

"PROCÉDE DE PRÉPARATION DE CATALYSEURS AU COBALT ET AU  
MAGNESIUM POUR LA CONVERSION DE MÉLANGES D'OXYDE DE CAR-  
BONE ET D'HYDROGENE"



Société dite: RUHROHEMIE AKTIENGESELLSCHAFT

=O=O=O=O=O=O=O=

Conv. Int.: Priorité d'une demande de brevet d'invention déposée en Allemagne le 27 septembre 1937.

-----  
Pour la synthèse d'hydrocarbures de la nature de l'essence de pétrole, à partir d'oxydes de carbone et d'hydrogène, les catalyseurs contenant, en plus du cobalt, une certaine quantité de magnésium et activés le cas échéant par du thorium ou d'autres additions, ont été reconnus particulièrement efficaces. Ils se distinguent par une longue durée et ils peuvent être utilisés pendant longtemps sans diminution de l'action catalytique et sans qu'une augmentation de la température ou une régénération du catalyseur deviennent par exemple nécessaires.

Lorsque l'on précipite par exemple, au moyen de carbonates alcalins, pour la production de catalyseurs au cobalt et au magnésium, des solutions des nitrates ou chlorures des deux métaux, solutions qui contiennent les deux métaux dans la même proportion que le catalyseur à préparer, la précipitation de tout le magnésium exige un laps de temps relativement long. Le séjour assez long du cobalt précipité dans la solution de précipitation donne lieu à des phénomènes de vieillissement qui ont une action défavorable sur la conformation de la surface de cet élément principal du catalyseur à préparer. Or, si l'on abrège la durée de la précipitation pour éviter cet inconvénient, le catalyseur précipité ne contient pas la quantité de magnésium qui est nécessaire pour mettre en jeu toute l'efficacité du cobalt.

Or, selon l'invention, on obtient des catalyseurs au cobalt et au magnésium remarquablement utilisables en utilisant, avec des solutions des nitrates ou chlorures de cobalt et de magnésium, une solution de magnésium contenant une quantité de magnésium plus grande que celle qui correspond à la proportion stoechiométrique entre le magnésium et le cobalt dans le catalyseur à préparer. Le mode opératoire qui fait l'objet de l'invention permet de précipiter un catalyseur dans une solution commune des chlorures ou nitrates du cobalt et du magnésium, satisfaisant à la condition citée, dans un laps de temps tellement court qu'il ne se produit aucune altération nuisible du carbonate de cobalt précipité. On peut aussi appliquer le procédé qui fait l'objet de l'invention en précipitant d'abord du magnésium séparément dans une solution contenant une quantité de magnésium plus grande que celle qui correspond à la proportion stoechiométrique-

trique entre le magnésium et le cobalt dans le catalyseur à préparer. La quantité de magnésium est alors calculée de façon que la précipitation dans une solution bouillante dure de 1 à 3 minutes environ. On précipite ensuite dans la même solution, sur le magnésium déjà précipité, la quantité de cobalt nécessaire pour le catalyseur. On filtre pour séparer le dépôt immédiatement après la séparation, et après avoir ajouté la matière qui sert de support.

En accordant l'excès de magnésium, on peut régler exactement l'efficacité du catalyseur à préparer. On peut utiliser par exemple dans la solution de précipitation un excès de 25 à 75 % de magnésium. Toutefois, un excès de 10 % en chiffres ronds est déjà suffisant. On obtient des catalyseurs au cobalt et au magnésium remarquablement utilisables aussi bien par la précipitation commune que par les précipitations successives du magnésium et du cobalt, précipitations au cours desquelles il faut toujours veiller toutefois à ce que le précipité de cobalt reste le moins longtemps possible dans la solution.

On expliquera, par les exemples suivants, le procédé qui fait l'objet de l'invention.

Exemple 1 :

Prendre une solution contenant 24,91 g de Co sous forme de nitrate et 3,97 g de MgO sous forme de nitrate également, soit par conséquent 16 parties de MgO pour 100 parties de Co, et la précipiter, à l'ébullition, par une solution de carbonate de sodium à 10 % environ, ce qui exige en tout de 1 à 2 minutes. Introduire ensuite la quantité nécessaire de matière de support et filtrer directement. On obtient un précipité qui contient, en plus de la totalité du Co, 2,42 g de MgO, c'est-à-dire 9,75 parties de MgO pour 100 parties de Co.

# 430164

## Exemple 2:

Dans une solution de 2 litres de nitrate de magnésium, contenant en tout 150 g de MgO, précipiter en 1 à 2 minutes environ la majeure partie du Mg sous forme de carbonate, par introduction dans 30 litres de solution bouillante de carbonate de soude à 10 % environ. Au bout de ce temps, introduire dans la solution maintenue à l'ébullition, en un laps de temps d'environ 1 à 2 minutes, 10 litres d'une solution de nitrate de cobalt contenant en tout 1 kg de cobalt. Ajouter ensuite la quantité de matière de support dont on a besoin et filtrer directement à chaud. Le précipité contient 11,9 parties d'oxyde de magnésium pour 100 parties de cobalt. 80% environ de la quantité de MgO contenue dans la solution de nitrate de magnésium qui a été utilisée sont donc passés dans le précipité obtenu.

### RESUME

Procédé de préparation de catalyseurs au cobalt et au magnésium destinés à être utilisés pour la conversion catalytique de mélanges d'oxyde de carbone et d'hydrogène, par précipitation commune ou par précipitations successives du magnésium et du cobalt dans la solution de leurs nitrates ou chlorures, procédé caractérisé par l'application d'une solution de magnésium contenant une quantité de magnésium plus grande que celle qui correspond à la proportion stoechiométrique entre le magnésium et le cobalt dans le catalyseur à préparer.

Bruxelles, le 13 septembre 1938.  
P.Pon.: Sté dite: RUHRCHEMIE AKTIEN-  
GESELLSCHAFT

