

## MINISTÈRE DE LA PRODUCTION INDUSTRIELLE ET DU TRAVAIL

DIRECTION DE LA PROPRIÉTÉ INDUSTRIELLE.



## BREVET D'INVENTION.

Gr. 14. — Cl. 8.

N° 858.789

## Perfectionnements apportés à la préparation des catalyseurs.

Société dite : SYNTHETIC OILS LIMITED et M. William Whalley MYDDLETON résidant en Angleterre.

Demandé le 5 août 1939, à 11<sup>h</sup> 50<sup>m</sup>, à Paris.

Délivré le 20 mai 1940. — Publié le 3 décembre 1940.

(Demande de brevet déposée en Angleterre le 6 août 1938. — Déclaration des déposants.)

La présente invention concerne la préparation de catalyseurs et se rapporte particulièrement à la préparation de catalyseurs métalliques destinés à servir dans la synthèse d'huiles d'hydrocarbures à partir de mélanges gazeux d'hydrogène et d'oxyde de carbone.

Il a déjà été proposé des catalyseurs protégés contre une oxydation atmosphérique pendant l'intervalle entre leur préparation par réduction et le démarrage de la synthèse en les trempant dans des huiles ou cires d'hydrocarbures, les produits d'une synthèse préalable étant préférés dans le but d'assurer l'absence de poisons de catalyseur. Un avantage additionnel de ce traitement consiste en ce que pendant les phases initiales de la synthèse, lorsque l'activité du catalyseur serait autrement à un maximum, cette activité du catalyseur est réduite par le recouvrement protecteur d'huiles ou de cires, qui n'est que graduellement enlevé par les gaz de réaction; la réaction s'effectue ainsi de manière plus uniforme.

D'après la présente invention, les avantages ci-dessus sont assurés dans une mesure plus forte en remplaçant les huiles ou cires d'hydrocarbures utilisées pour protéger le catalyseur par un liquide qui est

fortement adsorbé par la surface du catalyseur, en assurant ainsi une meilleure protection contre l'oxydation, et en ayant un point d'ébullition net, en assurant ainsi son enlèvement doux et rapide par les gaz de réaction pendant les passes initiales de la synthèse. Pour assurer le degré d'adsorption désiré, la substance employée doit contenir des groupes d'hydroxyle ou de carbonyle ou les deux, et à ce sujet on trouvera effective une huile d'hydrocarbures synthétique à laquelle a été ajoutée une proportion de l'ordre de 10 % du liquide organique hydroxyle ou carbonyle ou des deux.

L'invention consiste principalement en une méthode de préparation d'un catalyseur destiné à servir dans la synthèse d'huiles d'hydrocarbures, méthode d'après laquelle le catalyseur, après réduction conformément à la pratique connue, est trempé dans un liquide contenant des corps organiques, ou composé de ces corps, dans lequel des groupes d'hydroxyle ou de carbonyle ou des deux sont présents.

Il faut choisir un liquide organique qui contient non seulement des groupes d'hydroxyle ou de carbonyle ou des deux, mais qui en plus bout à une température comprise de préférence entre des limites situées

Prix du fascicule : 10 francs.

100° au-dessous et quelques degrés au-dessus de la température à laquelle le catalyseur doit être utilisé. On a obtenu des résultats particulièrement satisfaisants en trempant  
 5 le catalyseur dans du cyclohexanol, du méthyle cyclohexanol, du cyclohexanone et du méthyle cyclohexanone, produit par synthèse catalytique, mais l'invention n'est pas limitée à l'emploi de ces substances particulières.  
 10

En préparant des catalyseurs d'après la présente invention, on a trouvé convenable de refroidir le catalyseur après réduction à une température au-dessous de 100° C.  
 15 et à inonder ensuite la chambre de réduction avec le liquide.

Après un contact de quelques minutes, le liquide est soutiré et le procédé d'enlèvement du liquide de surplus est effectué en  
 20 faisant circuler un gaz tel que du nitrogène ou de l'hydrogène de haut en bas à travers la masse de catalyseur.

Dans une variante, le catalyseur réduit peut être laissé tombé dans un liquide froid  
 25 et être ensuite égoutté.

Le catalyseur protégé peut être chargé dans la chambre de réaction et le liquide enlevé en chauffant au point d'ébullition du liquide, soit dans une atmosphère d'hydrogène, soit dans un gaz inerte, soit dans le  
 30 gaz qui doit prendre part à la réaction subséquente du gaz catalytique.

#### RÉSUMÉ.

1° L'invention concerne un procédé de  
 35 préparation d'un catalyseur destiné à servir dans le système d'huile d'hydrocarbures, procédé d'après lequel le catalyseur, après

réduction conformément à la pratique connue, est trempé dans un liquide contenant des corps organiques ou composé de  
 40 corps organiques dans lesquels des groupes d'hydroxyle ou de carbonyle, ou des deux, sont présents.

2° Ce procédé est caractérisé en outre par les points suivants, ensemble ou séparément :  
 45

a. Le liquide organique choisi bout à une température comprise entre 100° C. au-dessous et quelques degrés C au-dessus de la température à laquelle le catalyseur  
 50 doit être utilisé ;

b. Le catalyseur est refroidi, après réduction, à une température au-dessous de 100° C., avant l'opération de trempage ;

c. Après l'opération de trempage, le  
 55 liquide en surplus est enlevé en soumettant le catalyseur trempé à l'action d'un courant descendant d'hydrogène ou d'un gaz inerte ;

d. Le catalyseur trempé est chargé dans la chambre de réaction et le liquide en surplus est enlevé par chauffage à une température proche du point d'ébullition du liquide  
 60 utilisé pour le trempage ou par chauffage en continu à la température à laquelle le catalyseur doit être utilisé dans une atmosphère d'hydrogène, ou de gaz inerte, ou  
 65 de gaz qui doit être utilisé dans la réaction catalytique suivante.

Société dite : SYNTHETIC OILS LIMITED  
 et M. William Whalley MYDDLETON.

Par procuration :  
 H. BOZELLENS fils