

MINISTÈRE DE L'INDUSTRIE ET DU COMMERCE.

SERVICE DE LA PROPRIÉTÉ INDUSTRIELLE.

BREVET D'INVENTION.

Gr. 14. — Cl. 8.

N° 963.290

2471

Procédé de préparation des composés organiques oxygénés.

Société dite : N. V. DE BATAAFSCHE PETROLEUM MAATSCHAPPIJ résidant aux Pays-Bas.

Demandé le 15 mars 1948, à 14^h 33^m, à Paris.

Délivré le 26 décembre 1949. — Publié le 4 juillet 1950.

L'invention concerne un procédé de préparation des composés organiques oxygénés par conversion de composés carbonés contenant au moins une liaison double oléfinique, par un gaz contenant de l'oxyde de carbone et l'hydrogène en présence d'un catalyseur.

Suivant une forme de réalisation connue du procédé, on fait usage d'un catalyseur en suspension qu'on recycle en circuit fermé.

Suivant une autre forme de réalisation de ce procédé, actuellement connue, le catalyseur est immobile dans la zone de réaction à travers laquelle on fait passer les corps participant à la réaction à température élevée et sous pression.

Un catalyseur adopté de préférence est une masse contenant du cobalt telle que la pierre ponce sur laquelle ou a précipité du cobalt.

Ce catalyseur devient inactif après une période de longue durée. On a constaté, au cours de quelques essais, que dans certains cas le catalyseur peut être régénéré, par exemple en le traitant par l'hydrogène, sous une pression égale ou supérieure à la pression atmosphérique, par exemple sous une pression de 100 à 200 atmosphères et à température élevée par exemple de l'ordre de 450° C. Cependant, ce mode

de régénération ne donne pas toujours de bons résultats.

On a découvert avec surprise qu'on peut réaliser une régénération dans des conditions satisfaisantes en faisant subir au catalyseur d'abord une oxydation, puis une réduction par l'hydrogène.

L'oxydation peut s'effectuer en présence de l'air, par exemple en faisant passer un courant d'air à travers le catalyseur à une température de l'ordre de 400 à 900° C.

Outre l'air, on peut employer d'autres gaz contenant de l'oxygène. Le teneur en oxygène peut être réglée au cours de la régénération, par exemple en maintenant une concentration plus faible au commencement et une concentration plus forte vers la fin de l'opération.

Le catalyseur inactif ne donne pas l'impression d'être contaminé et au cours d'une extraction par l'essence, celle-ci ne se contamine guère. Le catalyseur n'est pas non plus activé par cette extraction.

De plus, on n'observe guère de carbone sur le catalyseur devenu inactif. Il est probable que la nature de la surface du cobalt est modifiée par l'oxydation et la réduction.

L'exemple détaillé suivant rend le procédé suivant l'invention plus facile à comprendre.

Exemple.— On fait passer sur un catalyseur de pierre ponce contenant 8% en poids de cobalt, des oléfines et du gaz à l'eau sous une pression de 200 atmosphères et à une température comprise entre 140 et 180° C, et on obtient ainsi principalement des aldéhydes.

Le cobalt a été ajouté à la matière initiale sous forme de sels d'acides gras à C⁸-C⁹ préparés en partant des aldéhydes à C⁸-C⁹ par oxydation, la quantité variant entre 0,15 et 0,25% en poids de cobalt par rapport à la matière oléfinique initiale.

Au bout de 700 heures, la teneur en aldéhyde du produit de la réaction, qui atteignait au début 65% en poids, avait diminué à 25-30% en poids.

Le catalyseur a été ensuite régénéré sur place en faisant passer sur lui de l'hydrogène sous une pression de 200 atmosphères et à 475° C. Le degré de conversion a augmenté de nouveau et le produit de la réaction contenait 55% d'aldéhydes.

Au bout de 100 heures, l'activité du catalyseur avait de nouveau diminué et, comme précédemment, le produit de la réaction ne contenait que 25% en poids d'aldéhydes.

On a ensuite déchargé le catalyseur du four. Un traitement répété d'une portion du catalyseur par l'hydrogène n'a donné lieu à aucune amélioration de son activité.

Une autre portion du catalyseur a subi

d'abord une oxydation en faisant passer de l'air sur lui à une température de 700 à 900° C, puis une réduction par l'oxygène à la pression atmosphérique à 475° C.

Le catalyseur ainsi régénéré, appliqué au traitement des oléfines par le gaz à l'eau, a de nouveau permis d'obtenir un degré de conversion satisfaisant et le produit de la réaction contenait 68% en poids d'aldéhydes.

RÉSUMÉ.

Procédé de préparation des composés organiques oxygénés par conversion de composés carbonés, contenant au moins une liaison double oléfinique, par un gaz contenant de l'oxyde de carbone et de l'hydrogène en présence d'un catalyseur, caractérisé par les points suivants, séparément ou en combinaisons :

1° On régénère le catalyseur par un traitement d'oxydation suivi d'une réduction.

2° On oxyde le catalyseur par un traitement par l'air à une température de l'ordre de 400 à 900° C.

3° La réduction s'effectue par l'hydrogène sous la pression normale.

Société dite : N. V. DE BATAAFSCHE
PETROLEUM MAATSCHAPPIJ.

Par procuration :
P. REGINNEAU.