



MINISTERE DES AFFAIRES ECONOMIQUES

NUMERO DE PUBLICATION : 1013704A3

NUMERO DE DEPOT : 2000/0712

Classif. Internat. : C07C

Date de délivrance le : 04 Juin 2002

Le Ministre des Affaires Economiques,

Vu la Convention de Paris du 20 Mars 1883 pour la Protection de la propriété industrielle;

Vu la loi du 28 Mars 1984 sur les brevets d'invention, notamment l'article 22;

Vu l'arrêté royal du 2 Décembre 1986 relatif à la demande, à la délivrance et au maintien en vigueur des brevets d'invention, notamment l'article 28;

Vu le procès verbal dressé le 08 Novembre 2000 à 11H10 à l'Office de la Propriété Industrielle

ARRETE:

ARTICLE 1.- Il est délivré à : PHENOLCHEMIE GMBH & CO, KG.
Dechenstrasse 3, D-45966 GLADBECK(REPUBLIQUE FEDERALE D'ALLEMAGNE)

représenté(e)s par : ADYNS Gilbert, OFFICE KIRKPATRICK S.A., Avenue Wolfers 32 -
B 1310 LA HULPE.

un brevet d'invention d'une durée de 20 ans, sous réserve du paiement des taxes annuelles, pour : PROCEDE POUR LA DIMINUTION, PAR EXTRACTION, DE LA TENEUR EN SEL DANS DES FRACTIONS CONTENANT DES PRODUITS A POINT D'EBULLITION ELEVE, QUI SONT PRODUITES LORS DE LA PRODUCTION DE PHENOL A PARTIR DE CUMENE.

INVENTEUR(S) : Weber Manfred, An der Wohrt, 5 45721 Haltern (DE); Weber Markus, In der Borg 28a, 45721 Haltern (DE); Van Barneveld Heinrich, Kapellenstrasse 18, D-46244 Bottrop (DE); Bickert Peter, Five Concourse Parkway, suite 1400, 30328 Atlanta, Georgia (US); Jordan Wilfried, Wagnerstrasse 27, D-46282 Dorsten (DE)

PRIORITE(S) 11.11.99 DE DEA19954141

ARTICLE 2.- Ce brevet est délivré sans examen préalable de la brevetabilité de l'invention, sans garantie du mérite de l'invention ou de l'exactitude de la description de celle-ci et aux risques et périls du(des) demandeurs(s).

Pour expédition certifiée conforme

Bruxelles, le 04 Juin 2002
PAR DELEGATION SPECIALE :

L. WUYTS
CONSEILLER

L. WUYTS
CONSEILLER

Procédé pour la diminution, par extraction, de la teneur en sel dans des fractions contenant des produits à point d'ébullition élevé, qui sont produites lors de la production de phénol à partir de cumène.

5

L'invention concerne un procédé pour la diminution, par extraction, de la teneur en sel dans des fractions contenant des produits à point d'ébullition élevé, qui sont produites lors de la production de phénol à partir de cumène. Le procédé est particulièrement approprié pour la diminution des teneurs en sel de fractions présentant des produits à point d'ébullition élevé ayant déjà des faibles teneurs en phénol, la teneur en phénol dans les fractions
10 présentant des produits à point d'ébullition élevé étant encore réduite par le procédé revendiqué, et du phénol étant ainsi récupéré.

De même, l'invention concerne l'utilisation de fractions présentant des produits à point d'ébullition élevé, soumises à extraction selon l'invention, comme
20 matériau de départ pour la production de suie.

Lors de la production de phénol à partir de cumène selon le procédé de Hock, on oxyde dans une première étape de réaction, appelée oxydation, le cumène en hydroperoxyde de cumène (HPC). Il se forme comme
25 produits secondaires, de manière connue, du diméthylphénylcarbinol (DPMP) et de l'acétophénone (ACP). Dans une deuxième étape de réaction, appelée dissociation, le HPC est dissocié en phénol et acétone sous l'effet d'un acide, le plus souvent de l'acide
30 sulfurique. Le produit de la dissociation est ensuite neutralisé avec une lessive, le plus souvent de la lessive de soude caustique, puis traité par distillation. C'est surtout lors de la dissociation
35 qu'il se forme des composants à point d'ébullition élevé

à partir de DMPC, tels que par exemple des cumylphénols et des indanes, qui se produisent avec l'ACP lors de la distillation comme fraction à point d'ébullition élevé (résidu de distillation). D'autres constituants de ce
5 résidu de distillation sont un alcali sous forme de sels, qui arrive dans la distillation par la neutralisation, ainsi que du phénol. Dans le document US-584 72 35, on mentionne des teneurs caractéristiques en phénol de 5 à 40% en poids, en ACP de 5 à 30% en
10 poids, en cumylphénols de 10 à 50% en poids ainsi qu'en sel de 0 à 2% en poids.

Usuellement, le résidu de la distillation ou selon le cas la fraction présentant des produits à point d'ébullition élevé est brûlé, comme décrit dans le
15 document US-528 33 76, de la vapeur étant produite. Comme autre possibilité d'utilisation, on décrit le mélange avec des asphaltes [Pol. Nafta (Katowice, Pol) (1975), 31(12), 484/7], qui pose toutefois des problèmes lors de la présence de teneurs élevées en
20 phénol dans les fractions présentant des produits à point d'ébullition élevé.

Lors de la combustion de fractions présentant des produits à point d'ébullition élevé, les sels de sodium perturbent, car ils provoquent de la corrosion et
25 des émissions. La séparation de ces sels du résidu de distillation provenant d'installations de phénol a déjà été décrite plusieurs fois. Dans le document DE-AS-1 219 035, on décrit par exemple l'extraction des sels avec de l'acide sulfurique à 10%. Dans le document
30 US-5 283 376, on décrit un procédé selon lequel une fraction présentant des produits à point d'ébullition élevé est traitée avec une solution aqueuse d'amine, dans le but d'abaisser simultanément la teneur en phénol et en alcali. Dans le document US-5 847 235, on décrit
35 enfin un procédé dans lequel la fraction présentant des

produits à point d'ébullition élevé est traitée avec de l'eau, sans autres additifs, à 10 jusqu'à 90°C, dans une installation d'extraction à contre-courant à plusieurs étages. Selon le document US-5 847 235, la teneur en sel
5 peut être diminuée dans une colonne d'extraction à six étages, à 85°C, de 0,139% à moins de 0,001% (10 ppm en poids) lorsque le rapport de la fraction présentant des produits à point d'ébullition élevé à l'eau est de 1:0,5 et lorsqu'en outre la teneur en phénol dans cette
10 fraction s'élève à 17,2%. Dans cette extraction, la fraction présentant des produits à point d'ébullition élevé forme la phase lourde.

La séparation des phases entre le résidu de distillation et l'eau ou selon le cas les solutions aqueuses est toutefois souvent incomplète. Les causes en
15 sont, en fonction de la composition de la fraction présentant des produits à point d'ébullition élevé ou selon le cas, du résidu de distillation, des différences de densité trop faibles entre les deux phases, une viscosité trop élevée du résidu de distillation ainsi
20 qu'une inhibition de la coalescence au niveau de l'interface des phases, probablement provoquée par des tensions superficielles trop faibles. De telles séparations défavorables des phases se produisent surtout lorsque la teneur en phénol dans le résidu de
25 distillation est faible, c'est-à-dire inférieure à 5% en poids. Sous des conditions défavorables, les rapports de densité peuvent s'inverser dans l'appareillage d'extraction, c'est-à-dire que, contrairement à la
30 description dans le document US-5 847 235, le résidu de distillation peut devenir la phase légère, de sorte que des perturbations lors du fonctionnement de ces installations se produisent. On souhaite toutefois des faibles teneurs en phénol, inférieures à 5% en poids,
35 dans la fraction présentant des produits à point

d'ébullition élevé et par conséquent des faibles pertes correspondantes en phénol pour l'ensemble du procédé phénolique, car on augmente ainsi le rendement total du procédé et par conséquent la rentabilité. De telles
5 faibles teneurs en phénol peuvent être atteintes par des mesures appropriées au niveau de la distillation, par exemple en liaison avec un traitement ultérieur thermique déjà décrit dans le document DE-AS-1 121 621 (Craquage) des résidus de distillation provenant des
10 colonnes de phénol.

Un but de la présente invention a été dès lors la mise au point d'un procédé pour la séparation des sels de fractions présentant des produits à point d'ébullition élevé, avec lequel il est possible
15 d'atteindre des conditions d'extraction optimales par des bonnes séparations de phases, même à des faibles teneurs en phénol dans les fractions présentant des produits à point d'ébullition élevé.

De manière surprenante, on a trouvé que dans
20 un procédé pour la diminution, par extraction, de la teneur en sel de fractions présentant des produits à point d'ébullition élevé, produites lors de la production de phénol à partir de cumène, dans lequel on mélange non seulement une phase aqueuse, mais également
25 une phase ou selon le cas un liquide organique aux flux de substance présentant des produits à point d'ébullition élevé, dans lequel l'extraction et la séparation consécutive des phases sont essentiellement simplifiées, même dans le cas de faibles teneurs en
30 phénol dans les flux de substance présentant des produits à point d'ébullition élevé, et dans lequel en outre une partie du phénol de la fraction présentant des produits à point d'ébullition élevé peut être récupérée.

Un objet de la présente invention est dès lors
35 un procédé pour la diminution, par extraction, de la

teneur en sel de fractions présentant des produits à point d'ébullition élevé, qui sont produites lors de la production de phénol à partir de cumène, qui est caractérisé en ce qu'on mélange, à la fraction à soumettre à extraction, qui présente les produits à point d'ébullition élevé, au moins un liquide organique en tant que diluant.

Un objet de la présente invention est également l'utilisation d'une fraction présentant des produits à point d'ébullition élevé, soumise à l'extraction par un procédé selon au moins l'une quelconque des revendications 1 à 15, en tant que matériau de départ pour la production de suie.

En outre, un objet de la présente invention est l'utilisation d'un procédé selon au moins l'une quelconque des revendications 1 à 15 pour la récupération de phénol à partir de fractions présentant des produits à point d'ébullition élevé, qui présentent jusqu'à 5% en poids de phénol.

Le procédé selon l'invention présente comme avantage que, par le mélange d'au moins une phase ou un liquide organique aux fractions présentant des produits à point d'ébullition élevé, avant ou pendant l'extraction avec de l'eau ou selon le cas avec une phase ou une solution aqueuse, la séparation consécutive des phases est essentiellement simplifiée. Par l'utilisation du procédé selon l'invention, il est suffisant, en ce qui concerne la teneur en sel à atteindre, de ne réaliser qu'une étape d'extraction et qu'une séparation des phases.

Un autre avantage du procédé selon l'invention réside en ce que, même dans le cas de teneurs en phénol faibles dans les fractions présentant des produits à point d'ébullition élevé, une partie du phénol de ces fractions peut être récupérée.

Par le mélange d'un liquide organique de densité appropriée, on peut en outre influencer la séparation des phases de telle manière que la phase organique est toujours la phase plus légère et la phase aqueuse toujours la phase plus lourde, même lorsque les fractions présentant des produits à point d'ébullition élevé présentent une densité analogue à la phase aqueuse ou même une densité plus élevée. L'avantage qui découle du procédé selon l'invention consiste en ce que dans le cas d'une réalisation continue ou discontinue de la séparation de phases, on garantit toujours que la phase organique est toujours la phase plus légère et qu'il ne peut dès lors pas se produire que, par exemple, la phase organique soit amenée à la place de la phase aqueuse pour le traitement dans une installation de clarification et qu'elle y provoque des dégâts.

Des fractions dans le sens de la présente invention peuvent être des flux de substance, des phases ou des fractions qui sont par exemple produits lors de processus de séparation, tels que par exemple des distillations, des évaporations flash ou des séparations de phases. Une fraction selon l'invention peut être constituée de plusieurs fractions mélangées ensemble, qui sont par exemple produites dans différentes colonnes de distillation lors de la production de phénol.

Le procédé selon l'invention est décrit ci-après à titre d'exemple à l'aide du traitement de flux de substance qui sont produits lors de la production de phénol à partir de cumène, sans y être limité.

Lors de la production de phénol à partir de cumène selon le procédé de Hock, on oxyde dans une première étape le cumène en hydroperoxyde de cumène (HPC). Ce HPC est dissocié dans une autre étape. La dissociation est de préférence réalisée sous catalyse acide de l'acide sulfurique étant utilisée de manière

particulièrement préférée comme catalyseur. La phase de produits dissociés qui se forme, pouvant contenir du phénol, de l'acétone, du cumène non transformé, mais aussi des produits secondaires, tels que par exemple de l'acétophénone (ACP), du diméthylphénylcarbinol (DMPC), des cumylphénols et des indanes, est usuellement d'abord neutralisée, puis traitée par distillation. Lors du traitement par distillation des fractions présentant des produits à point d'ébullition élevé, qui présentent des sels alcalins ou alcalino-terreux formés lors de la neutralisation sont produites en tant que résidus de distillation.

Pour la diminution selon l'invention de la teneur en sel de ces fractions présentant des produits à point d'ébullition élevé, on mélange à ces fractions au moins une phase ou selon le cas un liquide organique en tant que diluant. Les fractions présentant des produits à point d'ébullition élevé peuvent être traitées séparément ou être réunies en une seule fraction avant le traitement selon l'invention. En tant qu'agent d'extraction, on mélange à ce mélange de fraction présentant des produits à point d'ébullition élevé et de diluant, une phase ou une solution aqueuse. Ce mélange est mélangé intensivement pour l'extraction des sels du mélange organique.

Comme phase ou liquide organique, on peut utiliser tous les liquides ou phases organiques qui peuvent être mélangés complètement avec les flux de substance présentant des produits à point d'ébullition élevé. On peut par exemple utiliser des hydrocarbures, tels que par exemple du cumène, comme diluant. Comme diluants, on n'utilise de préférence que des composés organiques qui n'entrent pas en réaction chimique avec les composés se trouvant dans les flux de substance présentant des produits à point d'ébullition élevé. On

utilise de préférence des phases ou des liquides organiques, qui peuvent en outre être séparés simplement et nettement des fractions présentant des produits à point d'ébullition élevé, de préférence par
5 distillation. En fonction de la densité souhaitée du mélange organique de fractions ou selon le cas de la fraction présentant des produits à point d'ébullition élevé et de liquide organique, on utilise un liquide ou une phase organique qui présente une densité inférieure,
10 identique ou légèrement supérieure aux fractions présentant des produits à point d'ébullition élevé. De manière tout particulièrement préférée, on mélange du cumène en tant que liquide ou phase organique aux fractions présentant des produits à point d'ébullition
15 élevé, car celui-ci est disponible dans le procédé de Hock.

Comme phase aqueuse, on utilise de préférence de l'eau. Il peut être avantageux que l'eau utilisée contienne des acides minéraux ou des acides organiques,
20 de préférence de l'acide sulfurique à faible concentration. De manière particulièrement préférée, on utilise de l'eau comme phase aqueuse, qui présente au moins 0 à 5% en poids d'un acide, de manière particulièrement préférée 2 à 4% en poids, d'un acide,
25 de préférence de l'acide sulfurique.

A la fraction présentant des produits à point d'ébullition élevé à soumettre à extraction est de préférence mélangée une quantité de diluant telle que le rapport massique du diluant à la fraction présentant des
30 produits à point d'ébullition élevé, à soumettre à extraction, est de 0,2:1 à 1:1, de préférence de 0,4:1 à 0,6:1. A ce mélange est de préférence mélangé une quantité de phase ou de solution aqueuse telle que le rapport massique de la phase aqueuse, c'est-à-dire
35 l'agent d'extraction, à la fraction présentant des

produits à point d'ébullition élevé est de 0,1:1 à 1:1, de manière particulièrement préférée de 0,2:1 à 0,5:1.

Le mélange de la phase ou selon le cas du liquide organique avec la phase aqueuse et la fraction
5 présentant des produits à point d'ébullition élevé peut être réalisé avec tout équipement approprié pour la production de dispersions liquide/liquide, tel que par exemple un mélangeur statique, des appareils agités ou simplement avec une pompe centrifuge.

10 Le mélange de phase ou selon le cas de liquide organique, de phase aqueuse et de flux de substance présentant des produits à point d'ébullition élevé est transféré dans un dispositif de séparation approprié. Dans ce dispositif de séparation, la phase aqueuse, dans
15 laquelle les sels présents dans la phase organique se sont concentrés par le mélange avec la phase organique de diluant et de fraction présentant des produits à point d'ébullition élevé, est séparée de la phase organique. Comme dispositif de séparation, on peut
20 utiliser tous les appareils de séparation appropriés pour la séparation de mélanges liquide/liquide. On utilise de préférence comme appareil de séparation un séparateur par gravité, avec ou sans éléments internes, ou une centrifugeuse, de préférence un séparateur à
25 disque.

L'extraction, c'est-à-dire le mélange des phases et la séparation de phases consécutive est de préférence réalisée à une température de 20 à 90°C. De manière particulièrement préférée, l'extraction et la
30 séparation consécutive des phases sont effectuées à une température de 40 à 70°C.

La scission consécutive à la séparation de phases de la phase organique, séparée de la phase aqueuse dans l'équipement de séparation, qui sert à la
35 récupération du liquide organique, ajouté en tant que

diluant, de la phase présentant des produits à point d'ébullition élevé, est de préférence réalisée par séparation thermique. Cette séparation thermique peut par exemple être réalisée dans une colonne de distillation ou un évaporateur à film tombant. La réalisation de la séparation thermique du diluant s'adapte selon la teneur résiduelle souhaitée ou autorisée en diluant qui peut ou doit être présente dans la fraction présentant des produits à point d'ébullition élevé, soumise à extraction. Lorsqu'on utilise du cumène comme diluant, les teneurs résiduelles en cumène inférieures à 1% dans la fraction soumise à extraction, présentant des produits à point d'ébullition élevé, sont raisonnables, afin que le rendement total du procédé phénolique ne soit pas inutilement dégradé.

Il peut être avantageux de réutiliser complètement ou au moins partiellement le diluant récupéré lors de la séparation thermique, pour la dilution de fractions présentant des produits à point d'ébullition élevé, qui n'ont pas encore été traitées.

Le procédé selon l'invention peut être réalisé de manière continue ou discontinue. Il peut être avantageux de réaliser une fois ou plusieurs fois des étapes partielles du procédé selon l'invention. Il peut par exemple être raisonnable de réaliser la séparation thermique du diluant dans une ou plusieurs colonnes de distillation pour éliminer le diluant le plus largement possible de la fraction soumise à extraction, présentant des produits à point d'ébullition élevé.

Il peut également être avantageux de ne pas réaliser qu'une étape d'extraction, mais plusieurs. Lors de ce type de réalisation du procédé selon l'invention, le mélange de diluant et de fraction présentant des produits à point d'ébullition élevé est mélangé une fois avec une phase aqueuse comme agent d'extraction. Après

séparation de la phase aqueuse, le mélange organique restant est à nouveau mélangé intensivement avec une phase aqueuse. Ce processus peut être réalisé aussi souvent que nécessaire jusqu'à ce que la teneur en sel
5 souhaitée dans la fraction présentant des produits à point d'ébullition élevé, soumise à extraction soit atteinte.

On a pu constater que la teneur en sel dans une fraction présentant des produits à point
10 d'ébullition élevé destinée à la combustion est déjà réduite suffisamment, en une seule étape d'extraction selon l'invention, d'une teneur initiale en sodium de 1500 ppm en poids de sodium à une teneur en sodium inférieure à 100 ppm en poids, de préférence inférieure
15 à 50 ppm en poids.

En outre, on a trouvé de manière surprenante qu'une fraction présentant des produits à point d'ébullition élevé, traitée par ce procédé jusqu'à une teneur en sodium inférieure à 20 ppm en poids, peut être
20 utilisée pour la production de suie (noir de carbone, suie), qu'elle peut être mélangée au moins en des proportions jusqu'à 50%, de préférence au moins en des proportions jusqu'à 20%, à des matières premières connues pour la production de suie, telles que des
25 huiles de goudron de houille ou des huiles pétrochimiques provenant de la production de naphte. Par rapport à la simple combustion, l'utilisation d'une fraction, présentant des produits à point d'ébullition élevé, soumise à extraction selon l'invention, comme
30 matériau de départ pour la production de suie correspond à une plus-value nette.

En outre, on a trouvé de manière surprenante qu'on extrait, avec la phase aqueuse, non seulement des sels, mais également une partie du phénol contenu dans
35 la fraction présentant des produits à point d'ébullition

élevé et qu'elle peut être récupérée via un traitement consécutif de la phase aqueuse. Le traitement de la phase aqueuse pour la récupération du phénol peut être réalisé de manière connue par l'expert en la technique, par exemple par extraction à partir de la phase aqueuse avec du cumène et par un traitement consécutif par distillation de la phase au cumène.

Le procédé selon l'invention peut être utilisé pour la récupération de phénol à partir de fractions présentant des produits à point d'ébullition élevé, qui présentent jusqu'à 5% en poids de phénol. Par l'extraction selon l'invention, on récupère de préférence jusqu'à 25%, de manière tout à fait préférée jusqu'à 50%, du phénol contenu dans une fraction présentant des produits à point d'ébullition élevé.

La Fig. 1 représente de manière schématique une forme de réalisation du procédé selon l'invention, sans que le procédé soit limité à cette forme de réalisation.

La fraction 1 présentant des produits à point d'ébullition élevé est mélangée intensivement avec un liquide organique 2, utilisé pour la dilution et une solution aqueuse 3 servant d'agent d'extraction, à l'aide d'un dispositif de mélange 4. Dans un dispositif de séparation 5 consécutif, on soutire la phase aqueuse 6 contenant à présent des sels et du phénol. Dans un appareil de séparation thermique 8, on resépare finalement le diluant 2 de la phase organique 7 et on le recycle. Comme produit, on obtient une fraction 9 présentant des produits à point d'ébullition élevé, à présent exempte de sels.

Comme dispositif de mélange 4, on peut utiliser tout équipement approprié pour la production de dispersions liquide/ liquide, tels que par exemple des mélangeurs statiques, des appareils agités ou simplement

une pompe centrifuge. Comme dispositif de séparation 5, on peut utiliser un simple séparateur par gravité comprenant un ou plusieurs éléments internes ou également une centrifugeuse. Pour la séparation 5 thermique du diluant, on peut par exemple utiliser comme appareil 8 une colonne de distillation ou un évaporateur à film tombant.

Le procédé selon l'invention est expliqué à l'aide des exemples suivants, toutefois sans limiter le 10 procédé à ceux-ci.

EXEMPLE 1.- (EXEMPLE COMPARATIF)

Une fraction présentant des produits à point d'ébullition élevé, contenant environ 3,5% en poids de 15 phénol et 0,14% en poids de Na, est mélangée, à environ 90°C, avec de l'eau dans un rapport fraction présentant des produits à point d'ébullition élevé:eau = 3:1. Après le mélange, on essaye de séparer la phase organique de la phase aqueuse. Même après plusieurs heures, on ne 20 peut obtenir de séparation complète des phases. En raison des restes de solution aqueuse dispersée dans la fraction présentant des produits à point d'ébullition élevé, les teneurs en Na varient, lors d'essais multiples, entre 0,01 et 0,05% en poids.

25

EXEMPLE 2.- (SELON L'INVENTION)

Une fraction présentant des produits à point d'ébullition élevé selon l'exemple 1 est mélangée à 30°C avec du cumène et de l'acide sulfurique à 5% dans un 30 rapport fraction:cumène:acide sulfurique de 2:1:1. Après le mélange, on procède à une séparation des phases. Après la séparation des deux phases liquides et une séparation par distillation du cumène, la teneur en Na dans la fraction présentant des produits à point 35 d'ébullition élevé est de 0,0045% (45 ppm en poids).

EXEMPLE 3.- (SELON L'INVENTION)

Une fraction présentant des produits à point d'ébullition élevé selon l'exemple 1 est mélangée à 90°C avec du cumène et de l'acide sulfurique à 5% dans un rapport fraction:cumène:acide sulfurique de 1:1:0,5. Après séparation des deux phases liquides et séparation par distillation du cumène, la teneur en Na dans la fraction présentant des produits à point d'ébullition élevé est inférieure à 0,0005% (5 ppm en poids). La teneur en phénol dans la fraction présentant des produits à point d'ébullition élevé est réduite par le procédé d'extraction d'une teneur au départ de 3,9 à 2,9% en poids. Une fraction présentant des produits à point d'ébullition élevé traitée de telle façon peut être mélangée à des matières premières pour la production de suie dans un rapport de 1:4.

20

25

30

35

REVENDEICATIONS

1.- Procédé pour la diminution, par extraction, de la teneur en sel dans des fractions
5 présentant des produits à point d'ébullition élevé, produites lors de la production de phénol à partir de cumène, caractérisé en ce qu'on mélange à une fraction présentant des produits à point d'ébullition élevé à soumettre à extraction au moins un liquide organique en
10 tant que diluant.

2.- Procédé selon la revendication 1, caractérisé en ce que la fraction présentant des produits à point d'ébullition élevé présente jusqu'à 5% en poids de phénol.

15 3.- Procédé selon au moins l'une quelconque des revendications 1 ou 2, caractérisé en ce qu'on mélange, au mélange de diluant et de fraction présentant des produits à point d'ébullition élevé, une phase aqueuse en tant qu'agent d'extraction, en ce que ce
20 mélange est mélangé intensivement pour l'extraction et en ce que la phase aqueuse est séparée de ce mélange après l'extraction par séparation liquide/liquide.

4.- Procédé selon au moins l'une quelconque des revendications 1 à 3, caractérisé en ce que le
25 diluant est séparé de la fraction présentant des produits à point d'ébullition élevé après l'extraction par séparation thermique.

5.- Procédé selon au moins l'une quelconque des revendications 1 à 4, caractérisé en ce qu'on
30 mélange, à la fraction présentant des produits à point d'ébullition élevé à soumettre à extraction, une quantité de diluant telle que le rapport du diluant à la fraction présentant des produits à point d'ébullition élevé, à soumettre à extraction, soit de 0,2:1 à 1:1.

6.- Procédé selon au moins l'une quelconque des revendications 1 à 5, caractérisé en ce qu'on utilise du cumène comme diluant.

5 7.- Procédé selon au moins l'une quelconque des revendications 3 à 6, caractérisé en ce qu'on ajoute comme agent d'extraction une quantité de phase aqueuse telle que le rapport de la phase aqueuse à la fraction présentant des produits à point d'ébullition élevé soit de 0,1:1 à 1:1.

10 8.- Procédé selon au moins l'une quelconque des revendications 3 à 7, caractérisé en ce que la phase aqueuse présente un acide en une concentration de 0 à 5% en poids.

15 9.- Procédé selon la revendication 8, caractérisé en ce que la phase aqueuse présente de l'acide sulfurique en une concentration de 2 à 4% en poids.

20 10.- Procédé selon au moins l'une quelconque des revendications 1 à 9, caractérisé en ce que le mélange intensif des composants liquides et la séparation consécutive liquide/liquide sont réalisés à une température de 20 à 90°C.

25 11.- Procédé selon la revendication 10, caractérisé en ce que le mélange intensif des composants liquides et la séparation consécutive liquide/liquide sont réalisés à une température de 40 à 70°C.

30 12.- Procédé selon au moins l'une quelconque des revendications 1 à 11, caractérisé en ce que le mélange des composants liquides est réalisé dans un mélangeur statique et en ce que la séparation consécutive des phases est réalisée dans une centrifugeuse.

35 13.- Procédé selon la revendication 12, caractérisé en ce qu'on utilise comme centrifugeuse un séparateur à disque.

14.- Procédé selon au moins l'une quelconque des revendications 1 à 13, caractérisé en ce que le phénol, qui est présent dans la fraction présentant des produits à point d'ébullition élevé, est récupéré au
5 moins partiellement par l'extraction.

15.- Procédé selon la revendication 14, caractérisé en ce que l'extraction permet de récupérer jusqu'à 50% du phénol qui est présent dans la fraction présentant des produits à point d'ébullition élevé.

10 16.- Utilisation d'une fraction présentant des produits à point d'ébullition élevé, soumise à extraction, à l'aide d'un procédé selon au moins l'une quelconque des revendications 1 à 15 comme matériau de départ pour la production de suie.

15 17.- Utilisation d'un procédé selon au moins l'une quelconque des revendications 1 à 15 pour la récupération de phénol à partir de fractions présentant des produits à point d'ébullition élevée, qui présentent jusqu'à 5% en poids de phénol.

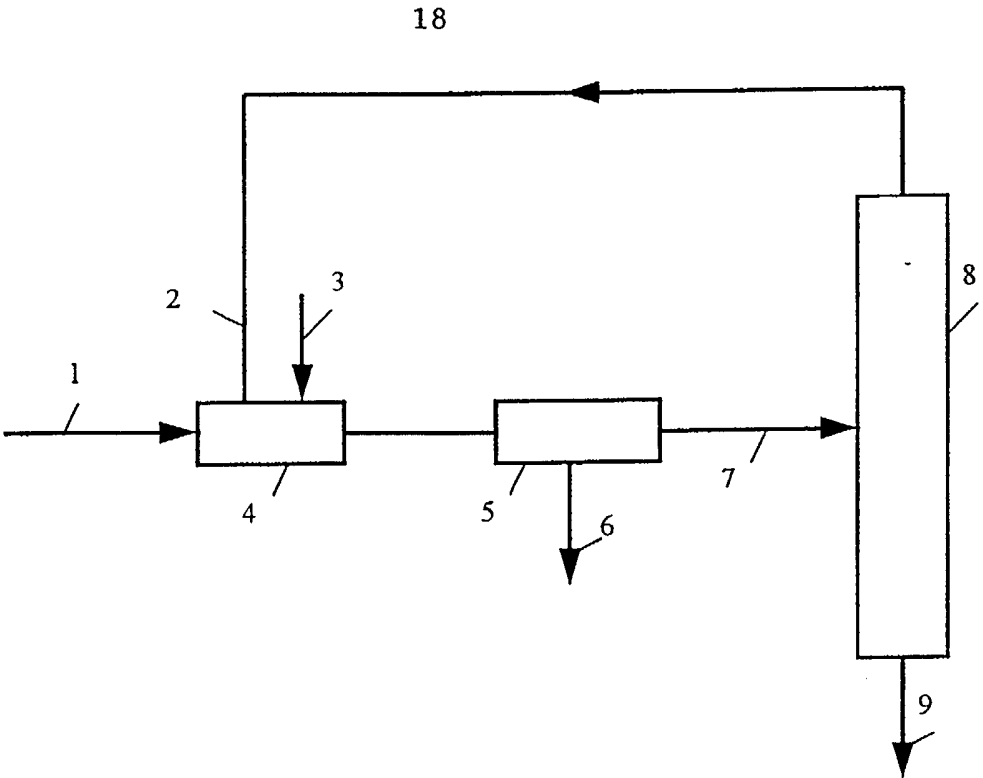


Fig. 1

ABREGE

Procédé pour la diminution, par extraction, de la teneur en sel dans des fractions contenant des produits à point d'ébullition élevé, qui sont produites lors de la production de phénol à partir de cumène.

Procédé pour diminuer, par extraction, la teneur en sel dans des fractions (1) ayant des produits à point d'ébullition élevé, issues de la production de phénol à partir de cumène. La présence de sel dans ces fractions complique leur traitement. On ajoute de l'eau et un liquide organique (2) aux fractions pour l'extraction. Une fraction 1 est mélangée intensivement à un diluant organique 2, et à une solution aqueuse 3 servant d'agent d'extraction, dans un dispositif 4. Un dispositif 5 sépare la phase aqueuse 6 contenant à présent sels et phénol. Un appareil thermique 8 resépare finalement le diluant 2 de la phase organique qui est recyclé. On obtient une fraction 9 ayant des produits à point d'ébullition élevé, sans sel et pauvre en phénol. On peut aussi récupérer du phénol. Les fractions traitées selon l'invention, peuvent servir à produire de la suie.

Fig. 1

2000/7/2

20

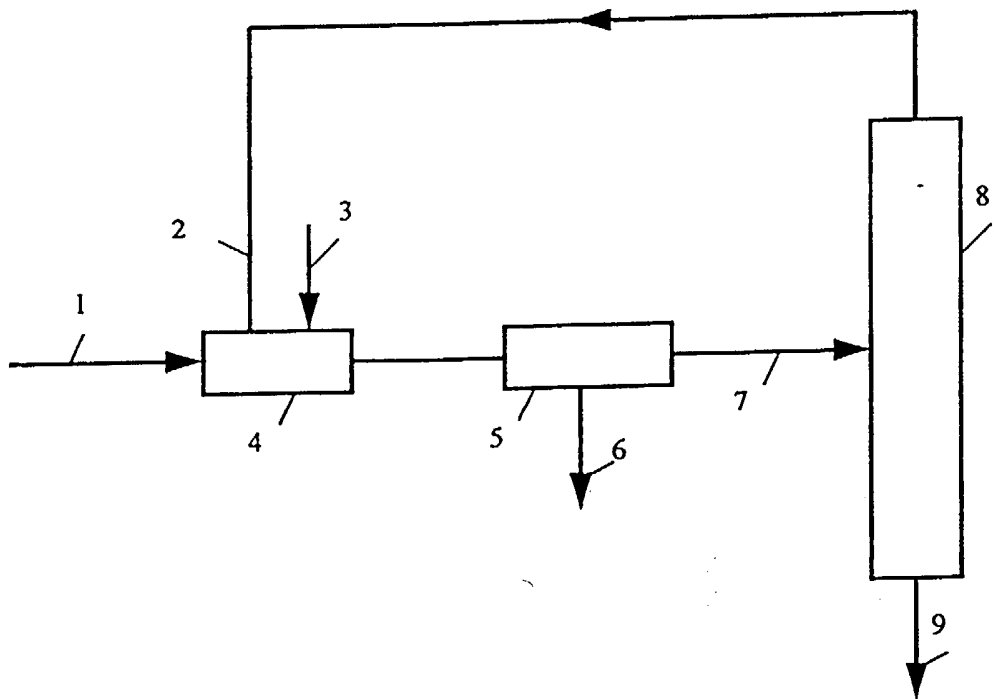


Fig. 1

BO 8039
BE 20000712

14-03-2001

Document brevet cité au rapport de recherche	Date de publication	Membre(s) de la famille de brevet(s)	Date de publication
US 5847235 A	08-12-1998	US 6034282 A	07-03-2000
		BR 9505272 A	21-10-1997
		CA 2161995 A	24-05-1996
		DE 69509195 D	27-05-1999
		DE 69509195 T	18-11-1999
		EP 0713850 A	29-05-1996
		ES 2129764 T	16-06-1999
		JP 8301803 A	19-11-1996



Office européen
des brevets

RAPPORT DE RECHERCHE
établi en vertu de l'article 21 § 1 et 2
de la loi belge sur les brevets d'invention
du 28 mars 1984

Numero de la demande
nationale

BO 8039
BE 20000712

DOCUMENTS CONSIDERES COMME PERTINENTS			
Catégorie	Citation du document avec indication, en cas de besoin, des parties pertinentes	Revendication concernée	CLASSEMENT DE LA DEMANDE (Int.Cl.7)
A,D	US 5 847 235 A (DYCKMAN ET AL) 8 décembre 1998 (1998-12-08) * revendications * -----	1	C07C37/72
			DOMAINES TECHNIQUES RECHERCHES (Int.Cl.7)
			C07C
Date d'achèvement de la recherche		Examineur	
14 mars 2001		Van Geyt, J	
CATEGORIE DES DOCUMENTS CITES			
X : particulièrement pertinent à lui seul Y : particulièrement pertinent en combinaison avec un autre document de la même catégorie A : arrière-plan technologique O : divulgation non-écrite P : document intercalaire		T : théorie ou principe à la base de l'invention E : document de brevet antérieur, mais publié à la date de dépôt ou après cette date D : cité dans la demande L : cité pour d'autres raisons & : membre de la même famille, document correspondant	