

⑫

**BREVET D'INVENTION**

**B1**

⑤④ Colonne d'extraction à hauteurs de compartiment alternées.

⑫② Date de dépôt : 06.05.22.

③⑦ Priorité :

⑥⑦ Références à d'autres documents nationaux  
apparentés :

○ Demande(s) d'extension :

⑦① Demandeur(s) : *IFP Energies nouvelles EPIC* — FR.

④③ Date de mise à la disposition du public  
de la demande : 10.11.23 Bulletin 23/45.

④⑤ Date de la mise à disposition du public du  
brevet d'invention : 29.03.24 Bulletin 24/13.

⑤⑥ Liste des documents cités dans le rapport de  
recherche :

*Se reporter à la fin du présent fascicule*

⑦② Inventeur(s) : AUGIER Frédéric et LORCET Hélène.

⑦③ Titulaire(s) : *IFP Energies nouvelles EPIC*.

⑦④ Mandataire(s) :

**FR 3 135 210 - B1**



## **Description**

### **Titre de l'invention : Colonne d'extraction à hauteurs de compartiment alternées**

#### **Domaine technique**

[0001] Le domaine de l'invention concerne l'extraction liquide-liquide dans des colonnes à plateaux perforés à déversoirs, tels qu'utilisés dans de nombreux procédés chimiques dont les procédés d'extraction des aromatiques présents dans différentes coupes pétrolières ou issues de procédés de raffinages. Les colonnes d'extraction liquide-liquide sont notamment adaptées pour la séparation liquide-liquide de composés hydrocarbonés, tels que des composés aromatiques (e.g. A6-A11) provenant de coupes hydrocarbonées étendues (e.g. coupe C6-C11, telles que provenant d'une unité de craquage catalytique (FCC Fluid Catalytic Cracking selon la terminologie anglo-saxonne).

#### **Technique antérieure**

[0002] Le principe de fonctionnement des colonnes d'extraction liquide-liquide repose sur les différences de solubilité des composés d'une charge liquide homogène dans un solvant approprié (e.g. solvant aprotique et polaire, tel que le Sulfolane ou le DMSO). L'adjonction à la charge d'un solvant partiellement miscible provoque l'apparition d'une seconde phase vers laquelle est transférée préférentiellement une partie des composés (e.g. les composés aromatiques), constituants les plus solubles.

[0003] En référence à la [Fig.1], une colonne d'extraction liquide-liquide 1 comprend les éléments suivants :

- un premier point d'injection 2 d'une première phase (charge liquide à séparer) ;
- un deuxième point d'injection 3 d'une deuxième phase (solvant liquide de séparation), les premier et deuxième points d'injection 2 et 3 étant disposés pour permettre la circulation des première et deuxième phases à contre-courant ;
- un premier point de soutirage d'un extrait 4 (en phase liquide), tel qu'un solvant enrichi en composés extraits de la charge ; et
- un deuxième point de soutirage d'un raffinat 5 (en phase liquide), tel qu'une charge appauvrie en composés extraits, l'un des premier et deuxième points de soutirage étant disposé en fond de colonne d'extraction 1 et l'autre en tête de colonne d'extraction 1.

En outre, le premier point d'injection 2 de la charge à séparer est typiquement disposé entre le deuxième point d'injection 3 du solvant liquide de séparation et le premier point de soutirage de l'extrait 4. De la même manière, le deuxième point d'injection 3 du solvant liquide de séparation est typiquement disposé entre le premier point d'injection 2 de la charge à séparer et le deuxième point de soutirage du raffinat 5.

Dans cet exemple de référence, la première phase est la phase légère et la deuxième phase est la phase lourde.

[0004] En référence à la [Fig.2], une colonne d'extraction liquide-liquide 1 comprend une pluralité de plateaux perforés P, chaque plateau perforé P étant équipé d'un à plusieurs déversoirs 6 en fonction des capacités visées, un déversoir 6 étant un évidement permettant le passage la première phase A dite « *continue* » au travers du plateau perforé P. Un plateau perforé P comprend au moins une zone perforée de trous 7, par où circule la deuxième phase B dite « dispersée ». La deuxième phase dispersée B circule sous forme de gouttes traversant la première phase continue A dans chaque espace inter-plateaux 8 défini par l'espace entre deux plateaux perforés P adjacents. Dans l'exemple de la [Fig.2], la deuxième phase dispersée B est la phase lourde et s'accumule au-dessus du plateau perforé P, jusqu'à former une couche coalescée 9 au-dessus de la zone perforée. Cette couche coalescée 9 peut typiquement faire de 1 cm à 8 cm d'épaisseur. Il est entendu que si la phase dispersée est la phase légère, la phase dispersée s'accumule au-dessous du plateau perforé. La deuxième phase dispersée B traverse ensuite la zone perforée du plateau perforé P pour alimenter le plateau perforé P suivant (plateau inférieur si la phase dispersée est la phase lourde), et ainsi de suite. La première phase continue A serpente dans les espaces inter-plateaux 8 en passant par les déversoirs 6, vers le haut dans cet exemple de la [Fig.2] car la phase continue est la phase légère.

[0005] Les brevets US 3,632,315 et US 4,588,563 décrivent des exemples de colonnes d'extraction liquide-liquide comprenant des plateaux perforés équipés d'un et/ou deux déversoirs.

[0006] Ainsi, une colonne d'extraction liquide-liquide permet de mettre en contact deux phases liquides A et B partiellement immiscibles, en contre-courant. Selon le choix de la phase dispersée (phase lourde ou phase légère), le plateau perforé P est adapté pour accueillir (au moyen de rebords 10) la couche coalescée 9 sur la partie haute du plateau perforé (phase dispersée étant la phase lourde) ou sur la partie basse (phase dispersée étant la phase légère). Dans les figures de la présente description, seul le cas du solvant liquide de séparation étant la phase dispersée et la phase lourde est décrit.

[0007] La demanderesse a identifié que le fonctionnement d'une colonne d'extraction liquide-liquide peut générer une grande variabilité de performance, en fonction notamment de :

- l'aire interfaciale entre les phases dans les espaces inter-plateaux, qui dépend de la taille des gouttes de la phase dispersée et de leur fraction volumique ; et
- l'écoulement de chaque phase dans les espaces inter-plateaux, les déversoirs et les zones perforées.

[0008] Il est connu de l'homme de métier, et parfaitement décrit dans les ouvrages

d'extraction liquide-liquide (voir Handbook of Solvent Extraction, de Lo, Baird et Hanson, Krieger Publishing Company, 1991), que l'écoulement piston de chaque phase est favorable aux performances de transfert dans les colonnes d'extraction à contre-courant. L'écoulement piston est un concept classique qui considère que, sur une section donnée de la colonne, chaque phase (lourde ou légère) circule à une vitesse homogène et dans une seule direction. Il est connu également que toute présence de recirculation, tourbillon ou tout autre mouvement de liquide générant une distribution spatiale de vitesses, peut induire une dégradation de l'écoulement piston. Les dégradations d'écoulement, ou déviations du piston pur, sont regroupées sous le terme générique de « mélange axial ». On peut aussi parler de dispersion axiale. L'effet du mélange axial tend à homogénéiser les gradients de concentration présents dans une phase ou l'autre le long de la colonne, et tend à minimiser l'efficacité de l'extraction liquide-liquide.

[0009] En particulier, les recirculations de phase continue dans les déversoirs sont très néfastes. En ce qui concerne l'écoulement de la phase dispersée, il est essentiel que l'écoulement reste essentiellement descendant (ou ascendant) à travers les zones perforées. Tout entrainement de phase dispersée par la phase continue dans les déversoirs serait néfaste car tendrait à réduire l'écart de concentrations de la phase continue dans les espaces inter-plateaux successifs. Pour cette raison, l'homme du métier utilise des déversoirs suffisamment grands pour limiter au maximum l'entrainement de phase dispersée dans les déversoirs. Il est préférable que la section des déversoirs ne soit pas non plus trop excessive sous peine d'utiliser trop de surface ; pour un diamètre donné, surdimensionner la surface de déversoir peut conduire à :

- une diminution de la capacité de la colonne (et donc une augmentation de son coût à iso performance),
- une diminution de l'efficacité de l'extraction : en réduisant la surface restante disponible pour la dispersion de la phase lourde, la qualité du contact entre phases s'en trouve dégradée,
- une génération de recirculations de phase continue dans les déversoirs eux même, une réduction du caractère piston de la phase continue et ainsi une réduction de l'efficacité de l'extraction.

[0010] La section des déversoirs peut être par exemple choisie de manière à ce que la vitesse de la phase continue dans les déversoirs ne dépasse pas la vitesse terminale de chute de gouttelettes d'un diamètre plus petit que le diamètre de goutte moyen. Par exemple un diamètre de fines gouttes de 30  $\mu\text{m}$  à 150  $\mu\text{m}$  peut être considéré pour calculer la vitesse maximale de la phase légère dans les déversoirs.

[0011] Un autre aspect à bien considérer est l'impact de l'écoulement de phase continue dans chaque espace inter-plateaux. L'écoulement de phase continue est conditionné par

le débit de phase continue circulant, et par la géométrie des espaces inter-plateaux, dont notamment la hauteur de l'espace inter-plateaux.

- [0012] Si la phase continue circule trop vite dans la colonne, différents comportements néfastes peuvent apparaître, tels que :
- des perturbations de l'écoulement de la phase dispersée, qui peut être entraînée par la phase continue vers le déversoir ;
  - une déformation de la couche coalescée sur le plateau aval dans le sens de l'écoulement de la phase dispersée, cette déformation tend aussi à accumuler de la phase dispersée sous le déversoir de sortie d'espace inter-plateaux.
- [0013] Ces deux comportements peuvent favoriser la présence de phase dispersée dans les déversoirs et son éventuel entraînement par la phase continue vers l'espace inter-plateaux aval dans le sens de l'écoulement de la phase continue. En effet la présence de phase dispersée dans le déversoir d'un plateau P est néfaste aux performances d'extraction car elle peut générer un rétromélange de phase dispersée, et réduire sensiblement la hauteur de couche coalescée sur le plateau P+1 (plateau aval dans le sens de l'écoulement de la phase dispersée). En outre, la réduction de la hauteur de couche coalescée peut provoquer un assèchement partiel des plateaux perforés, générant des hétérogénéités de distribution de phase dispersée dans l'espace inter-plateaux aval dans le sens de l'écoulement de la phase dispersée, voire un passage de la phase continue à travers les plateaux, phénomène qui augmente la dispersion axiale et réduit l'efficacité de la colonne.
- [0014] Pour maintenir l'écoulement de la phase dispersée à un niveau de vitesses non problématique, plusieurs solutions peuvent être mises en œuvre, telles que :
- augmenter la hauteur de l'espace inter-plateaux;
  - augmenter le nombre de déversoirs sur chaque plateau.
- [0015] Augmenter la hauteur des compartiments permet de réduire efficacement l'entraînement de phase lourde vers le déversoir de sortie, mais augmente naturellement la hauteur des colonnes d'extraction, ce qui a un coût et ne peut pas être poussé vers de trop grandes valeurs.
- [0016] Augmenter le nombre de déversoirs est très efficace, car cela permet de diviser le flux de phase dispersée circulant en latéral localement. Des plateaux à 1 déversoir sont en général réservés à des colonnes de petites tailles (diamètre < 2 m). Des plateaux à 2 déversoirs sont très classiques et permettent de réduire efficacement la vitesse de la phase légère. Des plateaux à plus grand nombre de déversoirs sont aussi possibles.
- [0017] Augmenter le nombre de déversoirs accroît la section de colonne non perforée, donc fait perdre du volume utile au contact entre les phases. Pour cette raison il n'est pas judicieux économiquement d'augmenter le nombre de déversoirs au-delà du minimum requis pour empêcher l'entraînement de phase lourde dans les déversoirs.

- [0018] En référence à la [Fig.2], une mise en œuvre classique de colonnes d'extraction liquide-liquide comprenant des plateaux à 2 déversoirs, consiste à utiliser une alternance de 2 plateaux distincts, de manière à ce que l'écoulement de la phase continue circule en serpentant dans la colonne et en traversant les zones de présence de gouttes de phase dispersée. Ceci permet d'augmenter le transfert de matière entre les phases. Un premier type de plateau (type I) utilise 2 déversoirs périphériques ou latéraux (orthogonaux à l'axe central/vertical Z de la colonne), sensiblement collés à la virole de la colonne et disposés en des positions diamétralement opposées. Le deuxième type de plateau (type II) utilise 1 seul déversoir central, sous forme d'une bande (perpendiculaire à l'axe central/vertical Z de la colonne) couvrant sensiblement la totalité du diamètre de la colonne. Une colonne d'extraction liquide-liquide telle que représentée dans la [Fig.2] est une colonne dite à 2 passes, *i.e.*, une colonne dans laquelle la phase continue circule en serpentant selon 2 parcours différents tels que représentés par les flèches en pointillés de la [Fig.2].
- [0019] Dans la présente description, lorsque la phase dispersée est la phase lourde, l'espace inter-plateaux d'un plateau de type I est l'espace inter-plateaux situé directement au-dessus du plateau de type I ; l'espace inter-plateaux d'un plateau de type II est l'espace inter-plateaux situé directement au-dessus du plateau de type II. Ainsi, l'espace inter-plateaux correspond à l'espace disposé du côté du rebord 10 et de la couche coalescée 9 du plateau  $P_i$ , *i.e.*, l'espace inter-plateaux d'un plateau  $P_i$  correspond à l'espace disposé en aval du plateau  $P_i$ , dans le sens de l'écoulement de la phase continue.
- [0020] L'état de l'art consiste à utiliser des plateaux alternés de type I et II, avec une hauteur d'espace inter-plateaux commune et des sections de déversoirs identiques, le déversoir central des plateaux de type II ayant alors une section égale à la somme des 2 déversoirs des plateaux de type I.
- [0021] La présente invention a pour objet de remédier aux déficiences de performance mentionnées ci-dessus et d'augmenter la performance des colonnes d'extraction liquide-liquide.

### **Résumé de l'invention**

- [0022] Dans le contexte précédemment décrit, un premier objet de la présente description est de proposer une colonne d'extraction liquide-liquide permettant :
- de conserver une gamme comprise entre 5% et 20% de la fraction volumique moyenne de phase dispersée (e.g. solvant/phase lourde) dans un compartiment (*i.e.*, zone comprenant un plateau perforé et un espace inter-plateaux adjacent) ;
  - le non-entraînement des gouttelettes de phase dispersée dans les déversoirs par la phase continue (e.g. charge/phase légère) afin de limiter le mélange axial de la phase dispersée ;

- une hauteur de couche coalescée de la phase dispersée sur chaque plateau suffisante (e.g. au moins 2 cm, tel que de 2 cm à 4 cm) pour empêcher le passage de la phase continue à travers le plateau perforé (et forcer le passage exclusif de la phase continue dans les déversoirs) ;
- une vitesse transverse de phase continue adaptée, qui ne perturbe pas l'écoulement de la phase dispersée.

[0023] De façon surprenante, la demanderesse a identifié que des caractéristiques particulières de plateaux perforés, telles que la hauteur des espaces inter-plateaux et optionnellement la section des déversoirs, permettent de contrôler l'hydrodynamique tout le long de la colonne en limitant le mélange axial. Cette solution technique permet de conserver une efficacité de transfert de matière satisfaisante sur chaque plateau.

[0024] Selon un premier aspect, les objets précités, ainsi que d'autres avantages, sont obtenus par une colonne d'extraction liquide-liquide, comprenant les éléments suivants :

- un premier point d'injection d'une première phase ;
  - un deuxième point d'injection d'une deuxième phase, les premier et deuxième points d'injection étant disposés sur la colonne d'extraction pour permettre la circulation de la première phase et de deuxième phase à contre-courant dans la colonne d'extraction, l'une des première et deuxième phases étant une phase continue et l'autre étant une phase dispersée ;
  - un premier point de soutirage d'un extrait et un deuxième point de soutirage d'un raffinat, l'un étant disposé en fond de colonne d'extraction et l'autre étant disposé en tête de colonne d'extraction ; et
  - une pluralité de plateaux perforés disposés du haut de la colonne d'extraction au bas de la colonne d'extraction, les plateaux perforés étant espacés d'un espace inter-plateaux et comprenant des rebords adaptés pour recevoir une couche coalescée de la phase dispersée au-dessus ou au-dessous des plateaux perforés ;
  - une pluralité de déversoirs, un déversoir étant un évidement adjacent à un rebord et permettant le passage la phase continue au travers du plateau perforé,
- la colonne d'extraction comprenant alternativement :
- des plateaux perforés dits de type I comprenant deux déversoirs périphériques ; et
  - des plateaux perforés dits de type II comprenant un seul déversoir central,
- colonne d'extraction dans laquelle :
- la hauteur H1 des espaces inter-plateaux disposés directement en aval des plateaux de type I, dans le sens de l'écoulement de la phase continue, est supérieure à la hauteur H2 des espaces inter-plateaux disposés directement en aval des plateaux de type II.

[0025] Selon un ou plusieurs modes de réalisation, le ratio H1/H2 entre la hauteur H1 et la hauteur H2 est compris entre 1,1 et 2.

- [0026] Selon un ou plusieurs modes de réalisation, le ratio  $H1/H2$  entre la hauteur  $H1$  et la hauteur  $H2$  est compris entre 1,1 et 1,5.
- [0027] Selon un ou plusieurs modes de réalisation, la hauteur  $H1$  des espaces inter-plateaux des plateaux perforés de type I est comprise entre 0,22 m et 1,50 m, préférablement entre 0,27 m et 0,90 m, très préférablement entre 0,33 m et 0,82 m.
- [0028] Selon un ou plusieurs modes de réalisation, la hauteur  $H2$  des espaces inter-plateaux des plateaux perforés de type II est comprise entre 0,20 m et 1,00 m, préférablement entre 0,25 m et 0,60 m, très préférablement entre 0,30 m et 0,55 m.
- [0029] Selon un ou plusieurs modes de réalisation, la colonne d'extraction liquide-liquide comprend :
- un secteur d'extraction, s'étendant sensiblement du premier point d'injection de la première phase jusqu'à sensiblement le deuxième point d'injection de la deuxième phase, et
  - un secteur de contre-lavage, adjacent au secteur d'extraction et s'étendant du premier point d'injection de la première phase jusqu'à sensiblement un troisième point d'injection de liquide de contre-lavage.
- [0030] Selon un ou plusieurs modes de réalisation, la section  $S2$  des déversoirs centraux est supérieure à la section  $S1$  des déversoirs périphériques, la section  $S1$  correspondant à la somme des sections des deux déversoirs périphériques.
- [0031] Selon un ou plusieurs modes de réalisation, le ratio  $S2/S1$  entre la section  $S2$  et la section  $S1$  est compris entre 1,1 et 2.
- [0032] Selon un ou plusieurs modes de réalisation, le ratio  $S2/S1$  entre la section  $S2$  et la section  $S1$  est compris entre 1,1 et 1,5.
- [0033] Selon un deuxième aspect, les objets précités, ainsi que d'autres avantages, sont obtenus par un procédé d'extraction liquide-liquide comprenant les étapes suivantes :
- injecter une première phase et une deuxième phase dans une colonne d'extraction liquide-liquide selon le premier aspect ; et
  - soutirer un extrait et un raffinat de la colonne d'extraction liquide-liquide.
- [0034] Selon un ou plusieurs modes de réalisation, la colonne d'extraction est opérée à une pression comprise entre 0,05 MPa et 3 MPa, de préférence entre 0,1 MPa et 2 MPa, de préférence entre 0,2 MPa et 1,5 MPa, de préférence entre 0,3 MPa et 1 MPa ; et à une température comprise entre 10°C et 150°C, de préférence entre 15°C et 130°C, de préférence entre 30°C et 120°C, de préférence entre 40°C et 110°C.
- [0035] Selon un ou plusieurs modes de réalisation, la première phase comprend un mélange de composés aromatiques et non-aromatiques.
- [0036] Selon un ou plusieurs modes de réalisation, la deuxième phase comprend un composé choisi parmi l'éthylène glycol, le diéthylène glycol, le triéthylène glycol, hexaméthylphosphoramide, le carbonate de propylène, le carbonate d'éthylène, le

sulfolane, le 3-methylsulfolane, le N-méthylacétamide, le N,N-diméthylacétamide, la butyrolactone, la 1-méthylpyrrolidone, le diméthylsulfoxyde, la caprolactame, le N-méthylformamide, la pyrrolidine-2-one, le furfural, le 1,1,3,3-tétraméthylurée et un mélange de ceux-ci.

[0037] Selon un ou plusieurs modes de réalisation, la deuxième phase comprend du sulfolane et de l'eau.

[0038] Des modes de réalisation de la colonne et du procédé d'extraction liquide-liquide selon les aspects précités ainsi que d'autres caractéristiques et avantages vont apparaître à la lecture de la description qui va suivre, donnée à titre uniquement illustratif et non limitatif, et en référence aux dessins suivants.

### **Liste des figures**

[0039] La [Fig.1] montre schématiquement une vue en coupe d'une colonne d'extraction liquide-liquide.

[0040] La [Fig.2] montre schématiquement une vue en coupe de l'écoulement de la phase dispersée et de la phase continue dans la colonne d'extraction liquide-liquide de référence.

[0041] La [Fig.3] montre schématiquement une vue en coupe de l'écoulement de la phase dispersée et de la phase continue dans une colonne d'extraction liquide-liquide selon la présente invention.

[0042] La [Fig.4] montre schématiquement une vue de dessus d'un plateau perforé de type I et d'un plateau perforé de type II selon la présente invention.

### **Description des modes de réalisation**

[0043] Des modes de réalisation de l'invention vont maintenant être décrits en détail. Dans la description détaillée suivante, de nombreux détails spécifiques sont exposés afin de fournir une compréhension plus approfondie de l'invention. Cependant, il apparaîtra à l'homme du métier que l'invention peut être mise en œuvre sans ces détails spécifiques. Dans d'autres cas, des caractéristiques bien connues n'ont pas été décrites en détail pour éviter de compliquer inutilement la description.

[0044] Dans la présente description, le terme « comprendre » est synonyme de (signifie la même chose que) « inclure » et « contenir », et est inclusif ou ouvert et n'exclut pas d'autres éléments non récités. Il est entendu que le terme « comprendre » inclut le terme exclusif et fermé « consister ». En outre, dans la présente description, le terme « sensiblement » correspondent à une approximation de  $\pm 10\%$ , préférablement de  $\pm 5\%$ , très préférablement de  $\pm 2\%$ , d'une valeur de référence telle qu'une distance, une vitesse, un débit, une teneur en composés, une température, une pression, etc.

[0045] *Colonne d'extraction liquide-liquide*

[0046] Une colonne d'extraction liquide-liquide selon la présente invention comprend tous

les éléments tels que définis dans la [Fig.1]. En outre, afin d'augmenter le rendement et la pureté, deux zones de fonctionnement distinctes peuvent être définies dans une colonne d'extraction liquide-liquide selon la présente invention en regard du premier point d'injection 2 du liquide à séparer :

- un secteur d'extraction 11, s'étendant sensiblement du premier point d'injection 2 de la première phase jusqu'à sensiblement le deuxième point d'injection 3 de la deuxième phase, permet notamment d'extraire des composés du liquide à séparer (e.g. aromatiques) par contactage avec le solvant liquide de séparation à contre-courant (zone dite de rendement), et
- un secteur optionnel de contre-lavage 12 (ou backwash selon la terminologie en anglais), adjacent au secteur d'extraction 11 et s'étendant du premier point d'injection 2 de la première phase jusqu'à sensiblement un troisième point d'injection 13 de liquide de contre-lavage (optionnel), tel qu'un recycle d'extrait, permet notamment de contre-extraire des composés non-désirés (e.g. non aromatiques lourds) contenus dans l'extrait 4 par le liquide de contre-lavage afin de garantir un haut niveau de pureté. Selon un ou plusieurs modes de réalisation, le troisième point d'injection 13 de liquide de contre-lavage est disposé entre le premier point d'injection 2 et le premier point de soutirage de l'extrait 4.

[0047] Concrètement en référence à la [Fig.1], le liquide de séparation sort de la colonne d'extraction liquide-liquide 1 en entraînant des composés d'intérêt à séparer (e.g. aromatiques) pour former l'extrait 4. L'extrait peut contenir également des composés non-désirés (e.g. non-aromatiques légers, tels que des C6-C7) qui peuvent être séparés en aval (e.g. par distillation et/ou strippage). Avantagusement, l'extrait 4 ne contient sensiblement pas (ou très peu) de composés non-désirés difficiles à séparer (e.g. non-aromatiques plus lourds, tels que des C8+), qui sont séparés de l'extrait dans le secteur de contre-lavage 12. En référence à la [Fig.1], le liquide de séparation est plus lourd que le liquide à séparer et est injecté en tête de colonne d'extraction liquide-liquide 1, alors que le liquide de contre-lavage optionnel est injecté en pied de colonne d'extraction liquide-liquide 1. Il est entendu que la présente invention concerne également les colonnes d'extraction liquide-liquide, dans lesquelles le liquide de séparation est plus léger que le liquide à séparer, le point d'injection 3 du liquide de séparation étant alors en pied de colonne d'extraction liquide-liquide 1 et le point d'injection 13 du liquide de contre-lavage étant en tête de colonne d'extraction liquide-liquide 1.

[0048] En référence aux figures 3 et 4, une colonne d'extraction liquide-liquide 1 selon la présente l'invention comprend  $n$  plateaux perforés  $P_i$ ,  $i$  étant compris entre 1 et  $n$ . Chaque plateau perforé  $P_i$  est disposé de sorte que la phase dispersée B (*i.e.*, le liquide de séparation plus lourd que le liquide à séparer) s'écoule au travers des trous 7 du

plateau perforé  $P_i$ , les gouttelettes de la phase dispersée B recalescant sur le plateau perforé  $P_{i+1}$  suivant pour former un volume liquide empêchant le passage de la phase continue A (*i.e.*, le liquide à séparer plus léger que le liquide de séparation) à travers les trous du plateau perforé  $P_{i+1}$ . Le liquide à séparer circule à contre-courant du liquide de séparation, *i.e.*, de bas en haut par les déversoirs centraux et périphériques 6, et de façon transverse dans un espace inter-plateaux 8. En référence à la [Fig.3], la phase lourde est la phase dispersée B et la phase légère est la phase continue A. Il est entendu qu'une colonne d'extraction liquide-liquide 1 peut comprendre des plateaux perforés adaptés pour que la phase dispersée soit la phase légère et la phase continue soit la phase lourde.

- [0049] Selon un ou plusieurs modes de réalisation, le nombre  $n$  de plateaux perforés  $P_i$  est compris entre 10 et 200, préférablement entre 50 et 150.
- [0050] Selon l'invention, la colonne d'extraction liquide-liquide 1 comprend alternativement des plateaux perforés  $P_i$  de type II, *i.e.*, comprenant un seul déversoir central, et des plateaux perforés  $P_i$  de type I, *i.e.*, comprenant deux déversoirs périphériques.
- [0051] Spécifiquement, les plateaux perforés de type II ont une zone perforée de trous 7 divisée en 2 parties, de part et d'autre du déversoir central 6, comme présenté sur le plateau  $P_i$  de la [Fig.4]. En outre, les plateaux perforés de type I ont une zone perforée de trous 7 pouvant être unique ou être divisée en 2 parties, comme présenté sur le plateau  $P_{i+1}$  de la [Fig.4], pour rester similaires aux parties de la zone perforée de trous 7 des plateaux perforés de type II.
- [0052] Ainsi, il est entendu que la présente invention concerne les colonnes d'extraction liquide-liquide à 2 passes. Spécifiquement, en référence aux figures 3 et 4, la colonne d'extraction liquide-liquide 1 comprend des plateaux  $P_i$  et  $P_{i+2}$  à 2 déversoirs périphériques 6 (plateaux de type I) disposés de façon alternée avec des plateaux  $P_{i-1}$  et  $P_{i+1}$  à 1 déversoir central 6 (plateaux de type II). Préférentiellement, les déversoirs périphériques 6 sont sensiblement adjacent à la virole de la colonne, voire sensiblement collés à ladite virole. Préférentiellement, les déversoirs périphériques 6 sont sensiblement disposés en des positions diamétralement opposées. Préférentiellement, les déversoirs centraux 6 sont disposés sous forme d'une bande couvrant sensiblement la totalité du diamètre de la colonne.
- [0053] La demanderesse a identifié, notamment lors d'une étude numérique de l'écoulement dans les espaces inter-plateaux alternatifs des plateaux perforés  $P_i$  de type I et II, qu'un entraînement de phase dispersée dans les déversoirs était possible et pouvait minimiser les performances d'extraction. Il a été observé que cet entraînement apparaissait en premier dans les déversoirs des plateaux de type II (déversoirs centraux).
- [0054] Selon l'invention, les plateaux perforés sont modifiés de manière différenciée selon leur type. Alors que l'état de l'art proposerait d'augmenter la hauteur des espaces inter-

plateaux et la section (surface) de déversoirs de tous les plateaux, la demanderesse a identifié que l'entraînement de phase dispersée dans la phase continue pouvait être diminuée en :

- augmentant la hauteur H1 des espaces inter-plateaux 8 des plateaux perforés  $P_i$  de type I à un niveau supérieur à la hauteur H2 des espaces inter-plateaux 8 des plateaux perforés  $P_i$  de type II, tel que montré dans la [Fig.3] ; et
- augmentant optionnellement la section S2 des déversoirs centraux 6 des plateaux perforés  $P_i$  de type II à un niveau supérieur à la section S1 des déversoirs périphériques 6 des plateaux perforés  $P_i$  de type I, tel que montré dans la [Fig.4].

[0055] Il est entendu dans la présente description que la hauteur d'un espace inter-plateaux 8 d'un plateau perforé  $P_i$  correspond à la distance entre ledit plateau perforé  $P_i$  et le plateau perforé disposé directement en aval dans le sens de l'écoulement de la phase continue, *i.e.*, le plateau perforé  $P_{i-1}$  dans l'exemple de la [Fig.3].

[0056] Il est entendu dans la présente description que la section S1 des déversoirs périphériques 6 d'un plateau perforé correspond à la somme des sections des deux déversoirs périphériques dudit plateau perforé.

[0057] Avantageusement, en alternant des plateaux perforés de type I et II dans la colonne d'extraction 1, la présente invention permet d'éviter l'entraînement de phase dispersée dans les déversoirs des plateaux de type II (déversoirs centraux), tout en minimisant les inconvénients des modifications appliquées. Ainsi, l'augmentation de la hauteur de colonne est réduite par 2 par rapport à l'état de l'art ou les hauteurs de tous les espaces inter-plateaux sont augmentées.

[0058] De même l'augmentation de la section des déversoirs des plateaux perforés de type II peut s'accompagner d'une diminution de surface perforée et de la qualité du transfert dans le l'espace inter-plateaux des plateaux perforés de type I, mais cette diminution ne concerne pas les espaces inter-plateaux des plateaux perforés de type II. Donc l'impact de l'augmentation de la section des déversoirs des plateaux perforés de type II dégrade moins les performances de transfert qu'un changement de section concernant la totalité des déversoirs, selon l'état de l'art.

[0059] Selon un ou plusieurs modes de réalisation, le ratio H1/H2 entre la hauteur H1 et la hauteur H2 est compris entre 1,1 et 2, préférablement entre 1,1 et 1,5. Selon un ou plusieurs modes de réalisation, le ratio H1/H2 entre la hauteur H1 et la hauteur H2 est compris entre 1,2 et 1,9, préférablement entre 1,3 et 1,7.

[0060] Selon un ou plusieurs modes de réalisation, la hauteur H1 des espaces inter-plateaux 8 des plateaux perforés de type I est comprise entre 0,22 m et 1,50 m, préférablement entre 0,27 m et 0,90 m, très préférablement entre 0,33 m et 0,83 m.

[0061] Selon un ou plusieurs modes de réalisation, la hauteur H2 des espaces inter-plateaux 8 des plateaux perforés de type II est comprise entre 0,20 m et 1,00 m, préférablement

entre 0,25 m et 0,60 m, très préférablement entre 0,30 m et 0,55 m.

- [0062] Selon un ou plusieurs modes de réalisation, le ratio S2/S1 entre la section S2 et la section S1 est compris entre 1,1 et 2, préférablement entre 1,1 et 1,5. Selon un ou plusieurs modes de réalisation, le ratio S2/S1 entre la section S2 et la section S1 est compris entre 1,2 et 1,4.
- [0063] Selon un ou plusieurs modes de réalisation, la section des déversoirs 6 est prédéterminée pour que la vitesse de la phase continue traversant lesdits déversoirs soit comprise entre 0,005 m/s et 0,050 m/s. Selon un ou plusieurs modes de réalisation, le débit de phase continue est comprise entre 70 m<sup>3</sup>/hr et 400 m<sup>3</sup>/hr, préférablement entre 80 m<sup>3</sup>/hr et 350 m<sup>3</sup>/hr.
- [0064] Selon un ou plusieurs modes de réalisation, les sections S1 et S2 des déversoirs 6 sont comprises entre 0,3 m<sup>2</sup> à 15 m<sup>2</sup>, préférablement entre 2 m<sup>2</sup> à 10 m<sup>2</sup>. Selon un ou plusieurs modes de réalisation, la section S1 du déversoir 6 central est comprise entre 0,33 m<sup>2</sup> à 15 m<sup>2</sup>, préférablement entre 2,2 m<sup>2</sup> à 10 m<sup>2</sup>. Selon un ou plusieurs modes de réalisation, la section S2 des déversoirs 6 périphériques est comprise entre 0,3 m<sup>2</sup> à 13,5 m<sup>2</sup>, préférablement entre 2 m<sup>2</sup> à 9 m<sup>2</sup>.
- [0065] Le diamètre de la colonne d'extraction 1 est typiquement fonction de la valeur prédéterminée du débit de la phase dispersée la traversant. Selon un ou plusieurs modes de réalisation, le débit de la phase dispersée est compris entre 140 m<sup>3</sup>/hr et 2300 m<sup>3</sup>/hr, préférablement entre 200 m<sup>3</sup>/hr et 2000 m<sup>3</sup>/hr.
- [0066] La hauteur de la colonne d'extraction 1 est typiquement fonction de son diamètre. Selon un ou plusieurs modes de réalisation, la hauteur de la colonne d'extraction est comprise entre 15 m et 90 m.
- [0067] Selon un ou plusieurs modes de réalisation, les plateaux perforé P<sub>i</sub> présentent des trous 7 de diamètre compris entre 2 mm et 10 mm. Selon un ou plusieurs modes de réalisation, le diamètre des trous est prédéterminé pour que la vitesse au trou soit comprise entre 0,05 m/s et 0,60 m/s.
- [0068] *Procédé d'extraction liquide-liquide*
- [0069] Selon un ou plusieurs modes de réalisation, la colonne d'extraction 1 est opérée à une pression comprise entre 0,05 MPa et 3 MPa (0,5 et 30 bara), de préférence entre 0,1 MPa et 2 MPa (1 et 20 bara), de préférence entre 0,2 MPa et 1,5 MPa (2 et 15 bara), de préférence entre 0,3 MPa et 1 MPa (3 et 10 bara). Selon un ou plusieurs modes de réalisation, l'extracteur est opéré à une température comprise entre 10°C et 150°C, de préférence entre 15°C et 130°C, de préférence entre 30°C et 120°C, de préférence entre 40°C et 110°C.
- [0070] *Charge à liquide à séparer*
- [0071] Le procédé d'extraction liquide-liquide selon l'invention permet de traiter une charge liquide à séparer comprenant un mélange de composés aromatiques et non-

aromatiques. Préféablement la charge est hydrotraitée et/ou hydrogénée. Selon un ou plusieurs modes de réalisation, la charge est une charge essence optionnellement hydrotraitée et/ou hydrogénée.

- [0072] Selon un ou plusieurs modes de réalisation, la charge est une coupe C5+, *i.e.*, contenant des composés à 5 atomes de carbone et plus. Selon un ou plusieurs modes de réalisation, la charge est une coupe C5-C10 ou C5-C11, *i.e.*, contenant des composés comprenant de 5 à 10 ou de 5 à 11 atomes de carbone. Selon un ou plusieurs modes de réalisation, la charge est une coupe C6-C10 ou C6-C11, *i.e.*, contenant des composés comprenant de 6 à 10 ou de 6 à 11 atomes de carbone.
- [0073] Selon un ou plusieurs modes de réalisation, la charge comprend au moins 20% poids, préféablement au moins 30% poids, très préféablement au moins 40% poids, (e.g. au moins 50% poids) de composés aromatiques de 6 à 11 atomes de carbone, par rapport au poids total de la charge.
- [0074] Selon un ou plusieurs modes de réalisation, la charge comprend au moins 20% poids, préféablement au moins 30% poids, très préféablement au moins 40% poids, (e.g. au moins 50% poids) de composés mono-aromatiques de 6 à 11 atomes de carbone, par rapport au poids total de la charge.
- [0075] Selon un ou plusieurs modes de réalisation, les composés aromatiques de la charge sont des composés mono-aromatiques à au moins 95% poids, préféablement à au moins 98% poids, très préféablement à au moins 99% poids.
- [0076] Selon un mode de réalisation de l'invention, la charge comprend moins de 50 ppm poids de soufre, préféablement moins de 10 ppm poids de soufre, et très préféablement moins de 1 ppm poids de soufre.
- [0077] Selon un mode de réalisation de l'invention, la charge comprend moins de 100 ppm poids d'azote, préféablement moins de 10 ppm poids d'azote, et très préféablement moins de 1 ppm poids d'azote.
- [0078] Selon un mode de réalisation de l'invention, la charge comprend moins de 0,1 % poids de dioléfines, préféablement moins de 0,05% poids de dioléfines, et très préféablement moins de 0,01% poids de dioléfines.
- [0079] Selon un mode de réalisation de l'invention, la charge comprend moins de 0,1 % poids d'oléfines, préféablement moins de 0,05% poids d'oléfines, et très préféablement moins de 0,01 % poids d'oléfines.
- [0080] Selon un mode de réalisation de l'invention, la charge présente une teneur inférieure ou égale à 5000 ppm poids, préféablement inférieure ou égale à 4500 ppm poids, et très préféablement inférieure ou égale à 3000 ppm poids, en composés ayant une température d'ébullition supérieure à 217°C, tel que le naphthalène.
- [0081] Selon un mode de réalisation de l'invention, la charge est dépourvue des composés suivants : H<sub>2</sub>, H<sub>2</sub>S, gaz léger tel que l'éthane, le propane et le butane. Selon un mode de

réalisation de l'invention, l'élimination de ces composés dans la charge est réalisée dans une colonne de fractionnement.

[0082] Selon un mode de réalisation, ladite charge est au moins en partie une coupe essence issue d'une unité de craquage catalytique en lit fluidisé (unité FCC pour « Fluid Catalytic Cracking » selon la terminologie anglo-saxonne), la coupe essence ayant préférentiellement été hydrogénée sélectivement pour transformer des dioléfinés en oléfinés, puis fractionnée pour obtenir une coupe C5-C10, C5-C11, C6-C10 ou C6-C11, puis hydrogénée pour saturer les composés oléfiniques. Selon un mode de réalisation de l'invention, la charge est issue de l'hydrogénation d'une essence de pyrolyse (PyGas selon la terminologie anglo-saxonne) en mélange avec une coupe essence issue d'une unité FCC.

[0083] *Solvant liquide de séparation*

[0084] Selon un ou plusieurs modes de réalisation, le solvant comprend un composé choisi parmi l'éthylène glycol, le diéthylène glycol, le triéthylène glycol, hexaméthylphosphoramide, le carbonate de propylène, le carbonate d'éthylène, le sulfolane, le 3-méthylsulfolane, le N-méthylacétamide, le N,N-diméthylacétamide, la butyrolactone, la 1-méthylpyrrolidone, le diméthylsulfoxyde, la caprolactame, le N-méthylformamide, la pyrrolidine-2-one, le furfural, le 1,1,3,3-tétraméthylurée et un mélange de ceux-ci.

[0085] Selon un ou plusieurs modes de réalisation, le solvant comprend ou consiste en du sulfolane. Selon un ou plusieurs modes de réalisation, le solvant est constitué d'au moins 80% poids (e.g. d'au moins 90% poids), préférentiellement d'au moins 95% poids (e.g. d'au moins 99% poids), en sulfolane, par rapport au poids total du solvant.

[0086] Selon un ou plusieurs modes de réalisation, le solvant comprend en outre un anti-solvant, tel que de l'eau. Selon un ou plusieurs modes de réalisation, l'anti-solvant comprend ou consiste en de l'eau. Selon un ou plusieurs modes de réalisation, le solvant comprend entre 0,01 % poids et 5% poids, préférentiellement entre 0,1 % poids et 3% poids (e.g. entre 0,5 % poids et 2% poids) d'anti-solvant, tel que de l'eau, par rapport au poids total du solvant. Selon un ou plusieurs modes de réalisation, le solvant comprend, ou consiste en du sulfolane et de l'eau.

### **Exemples**

[0087] Les exemples de colonne d'extraction liquide-liquide décrits ci-dessous présentent tous les caractéristiques suivantes : La colonne d'extraction liquide-liquide présente un diamètre de 4,8 m. Chaque plateau comprend 17192 trous. La charge (phase continue et légère) est injectée au plateau inférieur avec un débit de 1,02E+05 kg/hr. La charge comprend 40% poids d'isooctane, 30% poids de benzène et 30% poids de paraxylène (densité de 724 kg/m<sup>3</sup>). Le solvant liquide de séparation (phase dispersée et lourde) est injecté au plateau supérieur avec un débit de 8,25E+05 kg/hr. Le solvant liquide de sé-

paration comprend 99,5% poids de sulfolane et 0,5% poids d'eau (densité de 1136 kg/m<sup>3</sup>).

[0088] **Exemple 1 (référence) : hauteur des espaces inter-plateaux et sections de déversoir de constants.**

[0089] La colonne d'extraction liquide-liquide présente une hauteur de 36,0 m et est composée d'une succession de 120 plateaux perforés.

[0090] Aucun ajustement n'est mis en œuvre :

- hauteurs des espaces inter-plateaux :  $H1 = H2 = 0,30$  m,
- sections des déversoirs :  $S1 = S2 = 1,70$  m<sup>2</sup>.

[0091] Dans l'exemple 1 de référence, des perturbations de l'écoulement de la phase dispersée sont observées, de la phase dispersée est entraînée avec de la phase continue vers le déversoir, et une déformation de la couche coalescée est observée sur le plateau aval dans le sens de l'écoulement de la phase dispersée. Pour exprimer quantitativement la performance, on calcule la Hauteur Equivalente de Plateau Théorique (HEPT), un concept classique en séparation (distillation, extraction). Plus la HEPT est basse et plus l'extracteur est efficace.

[0092] Pour l'exemple 1 de référence, la HEPT est de 4,76 m.

[0093] **Exemple 2 (référence) : augmentation de la hauteur des espaces inter-plateaux**

[0094] Par rapport à l'exemple 1, les hauteurs  $H1$  et  $H2$  des espaces inter-plateaux sont augmentées :

- hauteurs des espaces inter-plateaux :  $H1 = H2 = 0,45$  m,
- sections des déversoirs :  $S1 = S2 = 1,70$  m<sup>2</sup>.

[0095] Pour l'exemple 2 de référence, la HEPT est de 5,83 m.

[0096] La colonne d'extraction liquide-liquide présente une hauteur de 44,0 m et est composée d'une succession de 98 plateaux perforés.

[0097] **Exemple 3 (référence) : augmentation des sections des déversoirs**

[0098] Par rapport à l'exemple 1, les sections  $S1$  et  $S2$  des déversoirs sont augmentées :

- hauteurs des espaces inter-plateaux :  $H1 = H2 = 0,30$  m,
- sections des déversoirs :  $S1 = S2 = 2,10$  m<sup>2</sup>.

[0099] Pour l'exemple 3 de référence, la HEPT est de 4,81 m.

[0100] La colonne d'extraction liquide-liquide présente une hauteur de 36,3 m et est composée d'une succession de 121 plateaux perforés.

[0101] **Exemple 4 (invention) : hauteurs alternées des espaces inter-plateaux**

[0102] Par rapport à l'exemple 1, seules les hauteurs  $H1$  sont augmentées :

- hauteurs des espaces inter-plateaux :  $H1 = 0,45$  ;  $H2 = 0,30$  m,
- sections des déversoirs :  $S1 = S2 = 1,70$  m<sup>2</sup>.

[0103] Pour l'exemple 4 selon l'invention, la HEPT est de 4,26 m.

[0104] La colonne d'extraction liquide-liquide présente une hauteur de 32,2 m et est

composée d'une succession de 86 plateaux perforés.

[0105] **Exemple 5 (invention) : hauteurs alternées des espaces inter-plateaux et sections alternées des déversoirs**

[0106] Par rapport à l'exemple 1, seules les hauteurs H1 et sections S2 sont augmentées :

- hauteurs des espaces inter-plateaux :  $H1 = 0,45 \text{ m}$  ;  $H2 = 0,30 \text{ m}$ ,

- sections des déversoirs :  $S1 = 1,70 \text{ m}^2$  ;  $S2 = 2,10 \text{ m}^2$ .

[0107] Pour l'exemple 5 selon l'invention, la HEPT est de 4,08 m.

[0108] La colonne d'extraction liquide-liquide présente une hauteur de 30,8 m et est composée d'une succession de 82 plateaux perforés.

[0109] La table 1 ci-dessous récapitule les niveaux de performance des exemples 1, 2, 3 de référence et des exemples 4 et 5 selon l'invention.

[0110] [Tableaux1]

| Exemple                | 1 (réf.) | 2 (réf.) | 3 (réf.) | 4 (inv.) | 5 (inv.) |
|------------------------|----------|----------|----------|----------|----------|
| H1 (m)                 | 0,30     | 0,45     | 0,30     | 0,45     | 0,45     |
| H2 (m)                 | 0,30     | 0,45     | 0,30     | 0,30     | 0,30     |
| S1 (m <sup>2</sup> )   | 1,70     | 1,70     | 2,10     | 1,70     | 1,70     |
| S2 (m <sup>2</sup> )   | 1,70     | 1,70     | 2,10     | 1,70     | 2,10     |
| HEPT (m)               | 4,76     | 5,83     | 4,81     | 4,26     | 4,08     |
| Hauteur de colonne (m) | 36,0     | 44,0     | 36,3     | 32,3     | 30,8     |
| Nombre de plateaux     | 120      | 98       | 121      | 86       | 82       |

[0111] Avantageusement, la HEPT, la hauteur de colonne, et le nombre de plateaux des exemples 4 et 5 selon l'invention sont diminuées par rapport à ceux des exemples 1, 2 et 3 de référence.

## Revendications

[Revendication 1]

Colonne d'extraction liquide-liquide comprenant les éléments suivants :

- un premier point d'injection (2) d'une première phase ;
  - un deuxième point d'injection (3) d'une deuxième phase, les premier et deuxième points d'injection (2, 3) étant disposés sur la colonne d'extraction (1) pour permettre la circulation de la première phase et de deuxième phase à contre-courant dans la colonne d'extraction (1), l'une des première et deuxième phases étant une phase continue (A) et l'autre étant une phase dispersée (B) ;
  - un premier point de soutirage d'un extrait (4) et un deuxième point de soutirage d'un raffinat (5), l'un étant disposé en fond de colonne d'extraction (1) et l'autre étant disposé en tête de colonne d'extraction (1) ; et
  - une pluralité de plateaux perforés ( $P_i$ ) disposés du haut de la colonne d'extraction (1) au bas de la colonne d'extraction (1), les plateaux perforés ( $P_i$ ) étant espacés d'un espace inter-plateaux (8) et comprenant des rebords (10) adaptés pour recevoir une couche coalescée (9) de la phase dispersée (B) au-dessus ou au-dessous des plateaux perforés ( $P_i$ ) ;
  - une pluralité de déversoirs (6), un déversoir (6) étant un évidement adjacent à un rebord (10) et permettant le passage la phase continue (A) au travers du plateau perforé ( $P_i$ ),
- la colonne d'extraction (1) comprenant alternativement :
- des plateaux perforés ( $P_i$ ) dits de type I comprenant deux déversoirs (6) périphériques ; et
  - des plateaux perforés ( $P_i$ ) dits de type II comprenant un seul déversoir (6) central,

la colonne d'extraction (1) dans laquelle :

- la hauteur H1 des espaces inter-plateaux (8) disposés directement en aval des plateaux de type I, dans le sens de l'écoulement de la phase continue, est supérieure à la hauteur H2 des espaces inter-plateaux (8) disposés directement en aval des plateaux de type II.

[Revendication 2]

Colonne d'extraction liquide-liquide selon la revendication 1, dans laquelle le ratio H1/H2 entre la hauteur H1 et la hauteur H2 est compris entre 1,1 et 2.

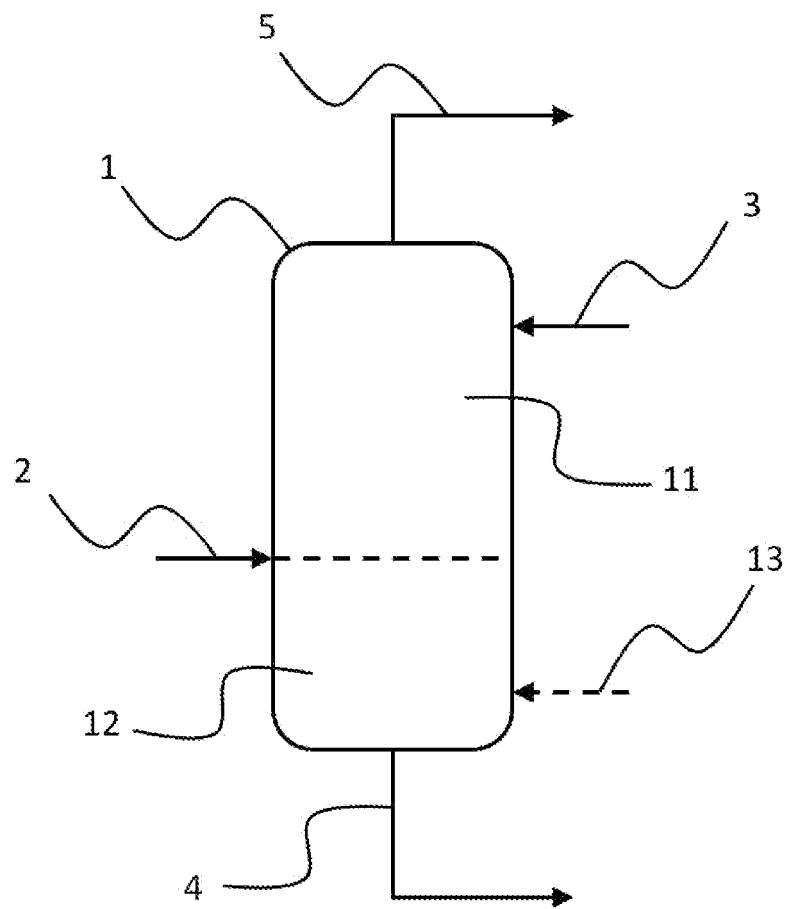
[Revendication 3]

Colonne d'extraction liquide-liquide selon la revendication 1 ou la revendication 2, dans laquelle le ratio H1/H2 entre la hauteur H1 et la hauteur H2 est compris entre 1,1 et 1,5.

- [Revendication 4] Colonne d'extraction liquide-liquide selon l'une quelconque des revendications précédentes, dans laquelle la hauteur H1 des espaces inter-plateaux (8) des plateaux perforés de type I est comprise entre 0,22 m et 1,50 m, préférablement entre 0,27 m et 0,90 m, très préférablement entre 0,33 m et 0,83 m.
- [Revendication 5] Colonne d'extraction liquide-liquide selon l'une quelconque des revendications précédentes, dans laquelle la hauteur H2 des espaces inter-plateaux (8) des plateaux perforés de type II est comprise entre 0,20 m et 1,00 m, préférablement entre 0,25 m et 0,60 m, très préférablement entre 0,30 m et 0,55 m.
- [Revendication 6] Colonne d'extraction liquide-liquide selon l'une quelconque des revendications précédentes, comprenant :
- un secteur d'extraction (11), s'étendant sensiblement du premier point d'injection (2) de la première phase jusqu'à sensiblement le deuxième point d'injection (3) de la deuxième phase, et
  - un secteur de contre-lavage (12), adjacent au secteur d'extraction (11) et s'étendant du premier point d'injection (2) de la première phase jusqu'à sensiblement un troisième point d'injection (13) de liquide de contre-lavage.
- [Revendication 7] Procédé d'extraction liquide-liquide comprenant les étapes suivantes :
- injecter une première phase et une deuxième phase dans la colonne d'extraction liquide-liquide selon l'une quelconque des revendications 1 à 6 ; et
  - soutirer un extrait (4) et un raffinat (5) de la colonne d'extraction liquide-liquide.
- [Revendication 8] Procédé d'extraction liquide-liquide selon la revendication 7, dans lequel la colonne d'extraction (1) est opérée à une pression comprise entre 0,05 MPa et 3 MPa, de préférence entre 0,1 MPa et 2 MPa, de préférence entre 0,2 MPa et 1,5 MPa, de préférence entre 0,3 MPa et 1 MPa ; et à une température comprise entre 10°C et 150°C, de préférence entre 15°C et 130°C, de préférence entre 30°C et 120°C, de préférence entre 40°C et 110°C.
- [Revendication 9] Procédé d'extraction liquide-liquide selon la revendication 7 ou la revendication 8, dans lequel la première phase comprend un mélange de composés aromatiques et non-aromatiques.
- [Revendication 10] Procédé d'extraction liquide-liquide selon l'une quelconque des revendications 7 à 9, dans lequel la deuxième phase comprend un composé choisi parmi l'éthylène glycol, le diéthylène glycol, le triéthylène glycol,

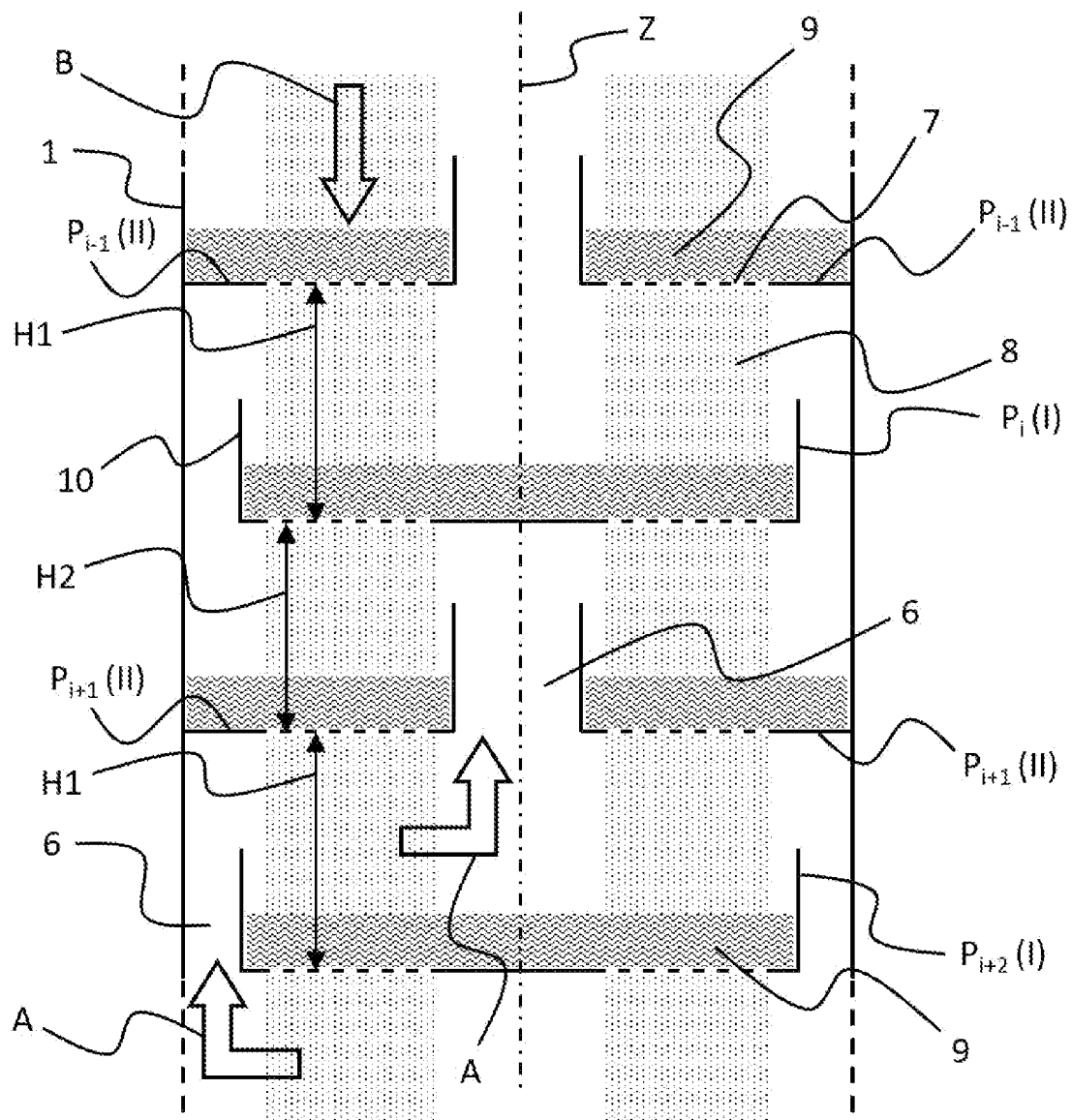
hexaméthylphosphoramide, le carbonate de propylène, le carbonate d'éthylène, le sulfolane, le 3-methylsulfolane, le N-méthylacétamide, le N,N-diméthylacétamide, la butyrolactone, la 1-méthylpyrrolidone, le diméthylsulfoxyde, la caprolactame, le N-méthylformamide, la pyrrolidine-2-one, le furfural, le 1,1,3,3-tétraméthylurée et un mélange de ceux-ci.

[Fig. 1]

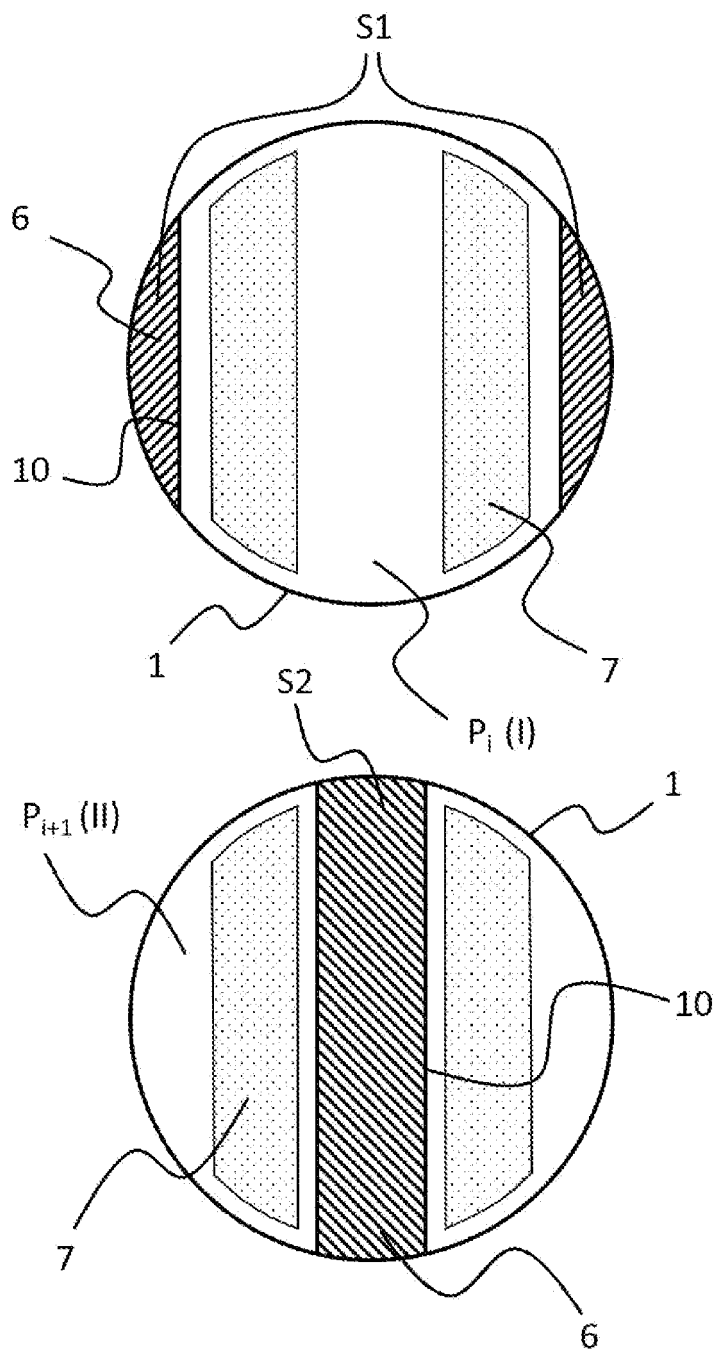




[Fig. 3]



[Fig. 4]



# RAPPORT DE RECHERCHE

articles L.612-14, L.612-53 à 69 du code de la propriété intellectuelle

## OBJET DU RAPPORT DE RECHERCHE

L'I.N.P.I. annexe à chaque brevet un "RAPPORT DE RECHERCHE" citant les éléments de l'état de la technique qui peuvent être pris en considération pour apprécier la brevetabilité de l'invention, au sens des articles L. 611-11 (nouveau) et L. 611-14 (activité inventive) du code de la propriété intellectuelle. Ce rapport porte sur les revendications du brevet qui définissent l'objet de l'invention et délimitent l'étendue de la protection.

Après délivrance, l'I.N.P.I. peut, à la requête de toute personne intéressée, formuler un "AVIS DOCUMENTAIRE" sur la base des documents cités dans ce rapport de recherche et de tout autre document que le requérant souhaite voir prendre en considération.

## CONDITIONS D'ETABLISSEMENT DU PRESENT RAPPORT DE RECHERCHE

☐ Le demandeur a présenté des observations en réponse au rapport de recherche préliminaire.

☒ Le demandeur a maintenu les revendications.

☐ Le demandeur a modifié les revendications.

☐ Le demandeur a modifié la description pour en éliminer les éléments qui n'étaient plus en concordance avec les nouvelles revendications.

☐ Les tiers ont présenté des observations après publication du rapport de recherche préliminaire.

☐ Un rapport de recherche préliminaire complémentaire a été établi.

## DOCUMENTS CITES DANS LE PRESENT RAPPORT DE RECHERCHE

La répartition des documents entre les rubriques 1, 2 et 3 tient compte, le cas échéant, des revendications déposées en dernier lieu et/ou des observations présentées.

☐ Les documents énumérés à la rubrique 1 ci-après sont susceptibles d'être pris en considération pour apprécier la brevetabilité de l'invention.

☒ Les documents énumérés à la rubrique 2 ci-après illustrent l'arrière-plan technologique général.

☐ Les documents énumérés à la rubrique 3 ci-après ont été cités en cours de procédure, mais leur pertinence dépend de la validité des priorités revendiquées.

☐ Aucun document n'a été cité en cours de procédure.

**1. ELEMENTS DE L'ETAT DE LA TECHNIQUE SUSCEPTIBLES D'ETRE PRIS EN  
CONSIDERATION POUR APPRECIER LA BREVETABILITE DE L'INVENTION**

NEANT

**2. ELEMENTS DE L'ETAT DE LA TECHNIQUE ILLUSTRANT L'ARRIERE-PLAN  
TECHNOLOGIQUE GENERAL**

US 3 632 315 A (UITTI KENNETH D ET AL)  
4 janvier 1972 (1972-01-04)

US 2 768 071 A (POKORNY OLDRICH S ET AL)  
23 octobre 1956 (1956-10-23)

FR 2 429 608 A1 (ERIES [FR])  
25 janvier 1980 (1980-01-25)

WO 2014/164456 A1 (CHEM PRO GROUP LLC  
[US]) 9 octobre 2014 (2014-10-09)

**3. ELEMENTS DE L'ETAT DE LA TECHNIQUE DONT LA PERTINENCE DEPEND  
DE LA VALIDITE DES PRIORITES**

NEANT