

12 DEMANDE DE BREVET D'INVENTION

A1

22 Date de dépôt : 12.05.23.

30 Priorité :

43 Date de mise à la disposition du public de la
demande : 15.11.24 Bulletin 24/46.

56 Liste des documents cités dans le rapport de
recherche préliminaire : *Se reporter à la fin du
présent fascicule*

60 Références à d'autres documents nationaux
apparentés :

○ Demande(s) d'extension :

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

72 Inventeur(s) : GIREL Etienne, GUILLAUD Valentin et
GAZARIAN JérémY.

73 Titulaire(s) : IFP Energies nouvelles EPIC.

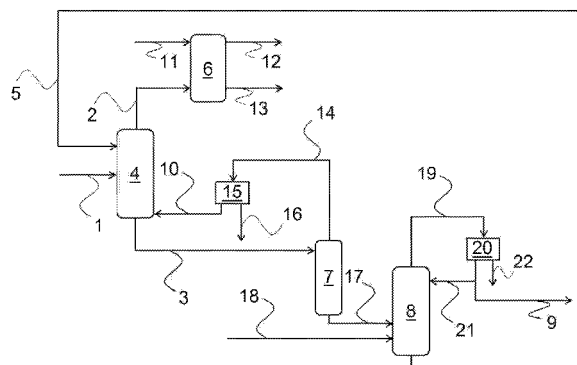
54 Mandataires : de solvants pour extraction liquide-
liquide de composés aromatiques.

57 Procédé et formulation de solvants pour l'extraction li-

quide-liquide d'une charge comprenant des composés aromatiques, le procédé comprenant de traiter la charge (1) dans
un extracteur liquide-liquide (4) alimenté avec la formulation de solvants (5) pour séparer au moins un extrait (3) concentré

en composés aromatiques par rapport à la charge (1), et un
raffinat (2) concentré en composés non-aromatiques par
rapport à la charge (1), la formulation de solvants (5) com-
prenant du sulfolane et au moins un co-solvant choisi
parmi : le tétraéthylèneglycoldiméthylether, le tétraéthylène-
glycolmonométhylether, le tétraéthylèneglycol, le penta-
éthylèneglycolmonométhylether, le tétraéthylèneglycol-
monobutylether, le tétraéthylèneglycol-
monoéthylether, le tripropylèneglycolmonobutylether, et les
mélanges de ceux-ci.

Figure 2 à publier



Description

Titre de l'invention : Formulations de solvants pour extraction liquide-liquide de composés aromatiques

Domaine technique

- [0001] Le domaine de l'invention concerne la séparation de composés aromatiques, tels que du benzène, du toluène, des xylènes (BTX), mais aussi des composés aromatiques à 9 ou 10 voire 11 atomes de carbones (A9, A10, A11), pour la pétrochimie provenant d'une charge essence, telle que des coupes essences issues des technologies de craquage thermique ou catalytique. En particulier, l'invention concerne une formulation de solvant pour le procédé d'extraction liquide-liquide (LLE pour « liquid-liquid extraction » selon la terminologie anglo-saxonne) de tels composés aromatiques.

Technique antérieure

- [0002] Plusieurs études ont été faites sur les mélanges de solvants pour le procédé LLE des aromatiques.
- [0003] Le document scientifique « (Liquid+liquid) equilibria of (sulfolane+benzene+n-hexane), (N-formylmorpholine+benzene+n-hexane), and (sulfolane+N-formylmorpholine+benzene+n-hexane) at temperatures ranging from (298.15 to 318.15) K: Experimental results and correlation, » Mahmoudi et al., The Journal of Chemical Thermodynamics, 2010, 42, 466–471, décrit des solvants à base de sulfolane en mélange avec la N-Formylmorpholine (NFM) pour la séparation du benzène et de l'hexane. Les résultats montrent que le solvant mixte (sulfolane+NFM) a un facteur de sélectivité plus élevé que la NFM et un coefficient de partage plus élevé que le sulfolane.
- [0004] Le document scientifique « Liquid+liquid equilibria for ternary mixtures of (solvent+aromatic hydrocarbon+alkane), » Mohsen-dia et al., The Journal of Chemical Thermodynamics, 2005, 37, 1111–1118, décrit un mélange de carbonate d'éthylène (EC) et de sulfolane pour séparer le xylène et l'heptane.
- [0005] Le document scientifique « Study of the effect of adding co solvent (n-alkoxyethanol) to sulfolane on the toluene extraction, » Chasib et al., Scientia Iranica C, 2013, 20(6), 1899–1911, décrit des mélanges d'alkoxyalcools avec le sulfolane pour la séparation du toluène et de l'octane. Dans tous les cas, les performances finales des mélanges en termes de capacité et de sélectivité sont égales aux performances moyennes pondérées des solvants.
- [0006] Les documents scientifiques « Extraction of aromatic hydrocarbons from reformates with mixtures of triethylene glycol and sulfolane, » Gaile et al., Russ J Appl Chem

2007, 80, 591–594, et « Extraction of toluene and xylenes from the toluene-xylene fraction of the reforming catalyzate with mixtures of triethylene glycol with sulfolane, » Gaile et al., Russ J Appl Chem, 2007, 80, 595–599, décrivent un solvant à base de triéthylèneglycol (TEG) et de sulfolane pour la séparation des BTX des essences de reformage (« reforming » selon la terminologie anglo-saxonne). Le solvant de base est le TEG dans lequel du sulfolane est ajouté pour améliorer la capacité du solvant (i.e., réduire le débit).

- [0007] Bien que les performances d'un mélange de solvant peuvent généralement être prédit par une loi physique de mélange, il reste regrettable qu'aucun effet synergique notable n'ait été identifié entre les composés étudiés. Ces résultats indiquent que les performances d'un mélange sont un compromis entre les performances de chaque solvant individuel, une augmentation de la capacité d'un mélange induisant une diminution de la sélectivité et vice-versa.

Résumé de l'invention

- [0008] Dans le contexte précédemment décrit, un premier objet de la présente description est de surmonter les problèmes de l'art antérieur et de fournir un procédé et une formulation de solvants pour l'extraction liquide-liquide de composés aromatiques permettant d'augmenter les rendements d'extraction.

- [0009] Selon un premier aspect, les objets précités, ainsi que d'autres avantages, sont obtenus par un procédé d'extraction liquide-liquide d'une charge comprenant des composés aromatiques, le procédé comprenant le traitement de la charge dans un extracteur liquide-liquide alimenté avec une formulation de solvants pour séparer au moins un extrait concentré en composés aromatiques par rapport à la charge, et un raffinat concentré en composés non-aromatiques par rapport à la charge, la formulation de solvants comprenant du sulfolane et au moins un co-solvant choisi parmi :

- le tétraéthylèneglycoldiméthylether,
- le tétraéthylèneglycolmonométhylether,
- le tétraéthylèneglycol,
- le pentaéthylèneglycolmonométhylether,
- le tétraéthylèneglycolmonobutylether,
- le tétraéthylèneglycolmonoéthylether,
- le tripropylèneglycolmonobutylether, et
- les mélanges de ceux-ci.

- [0010] Selon un ou plusieurs modes de réalisation, l'au moins un co-solvant est choisi parmi :

- le tétraéthylèneglycoldiméthylether
- le tétraéthylèneglycoldiméthylether,

- le tétraéthylèneglycol,
- le tripropylèneglycolmonobutylether, et
- les mélanges de ceux-ci.

- [0011] Selon un ou plusieurs modes de réalisation, l'au moins un co-solvant comprend du tétraéthylèneglycolmonométhylether.
- [0012] Selon un ou plusieurs modes de réalisation, lequel la formulation de solvants comprend au moins 50% poids, préférablement au moins 60% poids, très préférablement au moins 70% poids de sulfolane, par rapport au poids total de la formulation de solvants.
- [0013] Selon un ou plusieurs modes de réalisation, la formulation de solvants comprend entre 60% poids et 95% poids, préférablement entre 70% poids et 90% poids de sulfolane, très préférablement entre 75% poids et 85% poids de sulfolane, par rapport au poids total de la formulation de solvants.
- [0014] Selon un ou plusieurs modes de réalisation, la formulation de solvants comprend entre 2% poids et 50% poids, préférablement entre 5% poids et 40% poids, très préférablement entre 10% poids et 30% poids de co-solvant, de préférence entre 15% poids et 25% poids de co-solvant, par rapport au poids total de la formulation de solvants.
- [0015] Selon un ou plusieurs modes de réalisation, la charge comprend des composés hydrocarbonés à 5 à 10 atomes de carbone, ou à 5 à 11 atomes de carbone, ou à 6 à 10 atomes de carbone, ou à 6 à 11 atomes de carbone.
- [0016] Selon un ou plusieurs modes de réalisation, lequel la formulation de solvants comprend en outre un anti-solvant, préférablement l'anti-solvant comprend de l'eau.
- [0017] Selon un ou plusieurs modes de réalisation, le ratio massique de la formulation de solvants sur la charge est compris entre 0,1 et 50, de préférence entre 0,5 et 20, de préférence entre 1 et 9, de préférence entre 2 et 8.
- [0018] Selon un ou plusieurs modes de réalisation, l'extracteur liquide-liquide est opéré à une pression comprise entre 0,05 et 3 MPaa, de préférence entre 0,1 et 2 MPaa, de préférence entre 0,2 et 1,5 MPaa, de préférence entre 0,3 et 1 MPaa, et/ou à une température comprise entre 10 et 150°C, de préférence entre 15 et 120°C, de préférence entre 20 et 110°C.
- [0019] Selon un ou plusieurs modes de réalisation, le procédé comprend les étapes suivantes :
- stripage de l'extrait dans une section de stripage de l'extrait pour séparer un flux gazeux comprenant les hydrocarbures les plus légers contenus dans l'extrait et un extrait purifié ;
 - séparation de l'extrait purifié dans une tour de récupération des aromatiques pour séparer la formulation de solvants et des vapeurs de tête comprenant un flux aromatique.

- [0020] Selon un ou plusieurs modes de réalisation, le procédé comprend au moins une des étapes suivantes :
- séparation de phase du flux gazeux dans un premier condenseur décanteur pour séparer un flux de recycle de raffinat et une phase aqueuse ;
 - lavage à l'eau du raffinat au moyen d'une tour de lavage à l'eau alimentée en eau pour produire un flux non-aromatique et de l'eau de lavage ;
 - régénération d'au moins une portion de la formulation de solvants au moyen d'une section de régénération par un entraînement à la vapeur ;
 - condensation des vapeurs de tête dans un deuxième condenseur décanteur pour produire le flux aromatique.
- [0021] Selon un ou plusieurs modes de réalisation, le procédé comprend au moins une des étapes suivantes :
- recyclage du flux de recycle de raffinat vers l'extracteur liquide-liquide ;
 - stripage des composés hydrocarbures présents dans l'eau de lavage et/ou dans la phase aqueuse au moyen d'une section de stripage de l'eau pour produire de l'eau ;
 - alimentation de la tour de récupération des aromatiques en vapeur d'eau pour produire des vapeurs de tête comprenant en outre de la vapeur d'eau, et condensation des vapeurs de tête dans le deuxième condenseur décanteur pour produire le flux aromatique et de l'eau décantée.
- [0022] Selon un ou plusieurs modes de réalisation, le ratio massique du flux de recycle de raffinat sur la charge est compris entre 0,05 et 10, de préférence entre 0,1 et 8, de préférence entre 0,2 et 5, de préférence entre 0,3 et 2.
- [0023] Selon un deuxième aspect, les objets précités, ainsi que d'autres avantages, sont obtenus par une formulation de solvants pour l'extraction liquide-liquide d'une charge comprenant des composés aromatiques, la formulation de solvants comprenant du sulfolane et au moins un co-solvant choisi parmi :
- le tétraéthylèneglycoldiméthylether,
 - le tétraéthylèneglycolmonométhylether,
 - le tétraéthylèneglycol,
 - le pentaéthylèneglycolmonométhylether,
 - le tétraéthylèneglycolmonobutylether,
 - le tétraéthylèneglycolmonoéthylether,
 - le tripropylèneglycolmonobutylether, et
 - les mélanges de ceux-ci.
- [0024] Des modes de réalisation du procédé et de la formulation de solvants selon les aspect 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 au dessin suivant.

Liste des figures

- [0025] La [Fig.1] montre la capacité d'un mélange de solvants comprenant de la sulfolane et 20% poids d'un co-solvant en fonction de la sélectivité du mélange pour la séparation d'un mélange d'éthylbenzène et d'octane.
- [0026] La [Fig.2] montre schématiquement le procédé d'extraction liquide-liquide selon la présente l'invention.

Description des modes de réalisation

- [0027] 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.
- [0028] Dans la présente demande, 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, les termes « essentiellement » ou « sensiblement » correspondent à une approximation de $\pm 5\%$, préférablement de $\pm 1\%$, très préférablement de $\pm 0,5\%$ (e.g. de $\pm 0,1\%$). Par exemple, un effluent comprenant essentiellement ou étant constitué des composés A correspond à un effluent comprenant au moins 95% en poids de composés A.
- [0029] La présente invention concerne la séparation d'une charge comprenant des composés aromatiques, et comprenant notamment du BTX, mais éventuellement aussi des composés aromatiques à 9 ou 10 voire 11 atomes de carbones (A9, A11). La présente invention concerne en particulier un procédé amélioré pour l'extraction liquide-liquide de composés aromatique d'une charge, par exemple une charge essence, comprenant des composés aromatiques et non-aromatiques de 6 à 9 ou 10 voire 11 atomes de carbones.
- [0030] La demanderesse a identifié que l'ajout d'un ou plusieurs co-solvants particuliers permet, sans modifier la configuration du procédé d'extraction liquide-liquide classique à la sulfolane tel que décrit dans la demande de brevet FR3121446, d'améliorer significativement les performances d'extraction des aromatiques. Contrairement aux mélanges de solvants décrits dans la littérature, les co-solvants selon la présente invention peuvent être utilisés sur des charges étendues qui contiennent des aromatiques lourds (A8+).
- [0031] Il existe de nombreux co-solvants permettant l'extraction liquide-liquide des aromatiques au sulfolane. Ces co-solvants peuvent être classés en fonction de leurs

propriétés, le plus capacitif étant le moins sélectif et vice versa. Une illustration de ce classement est donnée sur la [Fig.1] qui montre la capacité d'un mélange de solvants sulfolane/co-solvant (80% poids/20% poids), pour un ratio mélange de solvants/charge de 2 et à une température de 54°C, en fonction de la sélectivité du mélange de solvants pour la séparation d'un mélange d'éthylbenzène (EtBz) et d'octane. Le sulfolane fait partie des solvants les moins actifs mais les plus sélectifs et la N-méthyl-2-pyrrolidone (NMP) est le solvant le plus capacitif mais le moins sélectif. Il est envisageable de formuler des mélanges de ces solvants entre eux pour optimiser le rapport capacité/sélectivité en fonction des besoins des procédés. Dans l'exemple de la [Fig.1], la capacité (K) = $[x]_{\text{extrait}}/[x]_{\text{raffinat}}$, dans lequel $[x]$ = concentration massique en éthylbenzène, octane ou sulfolane ; la sélectivité (S_{EtBz}) = $K_{\text{EtBz}}/K_{\text{octane}}$.

[0032] L'au moins un co-solvant selon la présente invention est (un dérivé de la famille des glycols) choisi parmi :

- le tétraéthylèneglycoldiméthylether (TEGDME),
- le tétraéthylèneglycoldiméthylether (TEGMME),
- le tétraéthylèneglycol,
- le pentaéthylèneglycolmonométhylether,
- le tétraéthylèneglycolmonobutylether,
- le tétraéthylèneglycolmonoéthylether,
- le tripropylèneglycolmonobutylether, et
- les mélanges de ceux-ci.

[0033] Selon un ou plusieurs modes de réalisation, l'au moins un co-solvant selon la présente invention est choisi parmi :

- le tétraéthylèneglycoldiméthylether,
- le tétraéthylèneglycoldiméthylether,
- le tétraéthylèneglycol,
- le tripropylèneglycolmonobutylether, et
- les mélanges de ceux-ci.

[0034] Selon un ou plusieurs modes de réalisation, l'au moins un co-solvant est le tétraéthylèneglycolmonométhylether.

[0035] Avantageusement, le co-solvant selon la présente invention permet une amélioration significative de la capacité de le sulfolane avec une perte de sélectivité modérée. Par exemple en référence à la [Fig.1], le tétraéthylèneglycoldiméthylether et le tétraéthylèneglycolmonométhylether font partie des co-solvants permettant d'augmenter la capacité du sulfolane en préservant une sélectivité suffisante.

[0036] Avantageusement, le co-solvant selon la présente invention ne forme pas d'azéotropes avec les composés aromatiques dits « lourds » (composés aromatiques à au moins 9 atomes de carbone), ce qui permet la régénération du solvant sans perte. En

effet, un problème qui peut être rencontré avec certains solvants, est la formation d'azéotropes avec des composés aromatiques lourds. Ce phénomène est rencontré avec un grand nombre de solvants aromatiques et est illustré dans la Table 1 suivante décrivant que, parmi une liste de solvants connus de l'homme du métier, les co-solvants selon la présente invention et le sulfolane, ne forment pas d'azéotropes avec les aromatiques. Cette propriété est indispensable pour leur utilisation dans un procédé d'extraction liquide-liquide avec régénération du solvant en température puisque la formation d'azéotropes engendre des pertes importantes d'aromatiques lors de la régénération.

[0037] [Tableaux 1]

Solvant	Remarque
Sulfolane	Pas d'azéotrope avec les aromatiques
Tetraéthylèneglycoldiméthylether	Pas d'azéotrope avec les aromatiques
Tetraéthylèneglycolmonométhylether	Pas d'azéotrope avec les aromatiques
Tétraéthylèneglycol	Pas d'azéotrope avec les aromatiques
Triéthylèneglycol	Pas d'azéotrope avec les aromatiques
2-Pyrrolidone	Azéotrope avec 4 aromatiques
Diacétate d'éthylèneglycol	Azéotrope avec 30 aromatiques
Diméthylacétamide	Azéotrope avec 12 aromatiques
Furfural	Azéotrope avec 13 aromatiques
N-méthylacétamide	Azéotrope avec 20 aromatiques
Carbonate de propylène	Azéotrope avec 9 aromatiques
γ -Butyrolactone (γ = gamma)	Azéotrope avec 6 aromatiques
N-méthyl-2-pyrrolidone	Azéotrope avec 10 aromatiques
3-méthylsulfolane	Azéotrope avec 2 aromatiques

[0038] Avantageusement, le co-solvant selon la présente invention permet d'augmenter la tension interfaciale entre le raffinat et l'extrait ce qui facilite la séparation de phase. Par exemple, un mélange de sulfolane/tetraéthylèneglycolmonométhylether (80% poids/20% poids) permet d'augmenter la tension interfaciale entre le raffinat et l'extrait de 7,4 à 8,9 mN/m à 20°C pour une extraction d'une charge synthétique contenant 20% en poids de composés aromatiques avec un ratio solvant/charge = 2.

Charge

[0039] Le procédé de séparation selon l'invention permet de traiter une charge comprenant

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

- [0040] 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.
- [0041] 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.
- [0042] 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.
- [0043] 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.
- [0044] 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, par rapport au poids total de la charge.
- [0045] 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, par rapport au poids total de la charge.
- [0046] 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, par rapport au poids total de la charge.
- [0047] 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, par rapport au poids total de la charge.
- [0048] 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, par rapport au poids total de la charge.
- [0049] Selon un mode de réalisation de l'invention, la charge est dépourvue (e.g. moins de

100 ppm poids, préférablement moins de 10 ppm poids d'azote, très préférablement moins de 1 ppm poids) des composés suivants : H_2 , H_2S , 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 (non représentée sur la [Fig.2] par soucis de simplification).

- [0050] 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 préférablement été hydrogénée sélectivement pour transformer des dioléfines en oléfines, 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.

Formulation de solvants

- [0051] Selon l'invention, la formulation de solvants comprend du sulfolane avec et au moins un composé choisi parmi :
- le tétraéthylèneglycoldiméthylether,
 - le tétraéthylèneglycolmonométhylether,
 - le tétraéthylèneglycol,
 - le pentaéthylèneglycolmonométhylether,
 - le tétraéthylèneglycolmonobutylether,
 - le tétraéthylèneglycolmonoéthylether,
 - le tripropylèneglycolmonobutylether, et
 - les mélanges de ceux-ci .
- [0052] Selon un ou plusieurs modes de réalisation, la formulation de solvants comprend au moins 50% poids, préférablement au moins 60% poids, très préférablement au moins 70% poids de sulfolane, par rapport au poids total de la formulation de solvants.
- [0053] Selon un ou plusieurs modes de réalisation, la formulation de solvants comprend entre 60% poids et 95% poids, préférablement entre 70% poids et 90% poids de sulfolane, par exemple entre 75% poids et 85% poids de sulfolane, par rapport au poids total de la formulation de solvants.
- [0054] Selon un ou plusieurs modes de réalisation, la formulation de solvants comprend entre 2% poids et 50% poids, préférablement entre 5% poids et 40% poids, très préférablement entre 10% poids et 30% poids de co-solvant, par exemple entre 15% poids et 25% poids de co-solvant, par rapport au poids total de la formulation de solvants.
- [0055] Selon un ou plusieurs modes de réalisation, la formulation de solvants 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, la formulation de solvants comprend entre 0,01% poids et 5% poids, préférablement 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 de la formulation de solvants.

Procédé d'extraction

[0056] En référence à la [Fig.2], le procédé d'extraction des aromatiques selon la présente invention permet de traiter la charge 1 afin de récupérer, d'une part un flux concentré en composés non aromatiques appelé raffinat 2, et d'autre part un flux concentré en aromatiques appelé extrait 3, par rapport à la composition de la charge 1.

[0057] Selon un ou plusieurs modes de réalisation, le procédé d'extraction liquide-liquide des aromatiques comprend les étapes suivantes :

- extraction liquide-liquide de la charge 1 au moyen d'un extracteur liquide-liquide 4 alimenté avec une formulation de solvants 5 pour séparer le raffinat 2 et l'extrait 3,
- lavage à l'eau du raffinat 2 avec une tour de lavage à l'eau 6 (étape optionnelle),
- stripage de l'eau avec une section de stripage de l'eau (étape optionnelle),
- stripage de l'extrait 3 avec une section de stripage de l'extrait 7,
- séparation des aromatiques avec une tour de récupération des aromatiques 8 pour séparer un flux aromatique 9 et la formulation de solvants 5, et
- régénération de la formulation de solvants 5 avec une section de régénération (étape optionnelle).

[0058] Par soucis de simplification, les sections optionnelles de stripage de l'eau et de régénération du solvant ne sont pas représentées sur la [Fig.2].

Extracteur liquide-liquide 4

[0059] L'extraction liquide-liquide permet la séparation des aromatiques des composés non aromatiques, tels que les paraffines et les naphtènes, de la charge 1.

[0060] Selon un ou plusieurs modes de réalisation, l'alimentation en charge 1 est sensiblement au niveau d'un point intermédiaire (e.g. au milieu de l'extracteur).

[0061] Selon un ou plusieurs modes de réalisation, un point intermédiaire est un point situé entre le fond et la tête de l'extracteur liquide-liquide 4. Selon un ou plusieurs modes de réalisation, un point intermédiaire correspond à un point disposé de préférence à une position comprise entre $0,1 \times L$ et $0,9 \times L$, plus préférablement comprise entre $0,2 \times L$ et $0,8 \times L$, telle que comprise entre $0,3 \times L$ et $0,7 \times L$ ou entre $0,4 \times L$ et $0,6 \times L$, L étant la longueur à partir du fond jusqu'à la tête de l'extracteur liquide-liquide 4.

[0062] Selon un ou plusieurs modes de réalisation, la formulation de solvants 5 est alimentée en un point haut de l'extracteur liquide-liquide 4. Selon un ou plusieurs modes de réalisation, la formulation de solvants 5 est alimentée en tête de l'extracteur liquide-liquide 4. Dans la présente demande, on entend par un point haut un point situé au-

dessus du point intermédiaire d'alimentation en charge §1. De même, dans la présente demande, on entend par un point bas un point situé au-dessous du point intermédiaire d'alimentation en effluent.

- [0063] Avantageusement, l'extracteur liquide-liquide §4 peut donc être divisé en deux parties. La partie supérieure (par rapport au point intermédiaire d'alimentation en charge §1) permet de contrôler le rendement en aromatiques par extraction liquide-liquide. La partie inférieure de l'extracteur liquide-liquide §4 permet une première purification des aromatiques, grâce au flux de recycle de raffinat §10. Ainsi, l'extracteur liquide-liquide §4 permet de séparer un raffinat §2 appauvri en composés aromatiques par rapport à la charge §1 et un extrait §3 concentré en composés aromatiques par rapport à la charge §1. Le raffinat §2 sort en tête de l'extracteur liquide-liquide §4 et est envoyé optionnellement à la tour de lavage à l'eau §6. L'extrait §3 sort en fond de l'extracteur liquide-liquide 4 et est envoyé à la section de stripage de l'extrait 7, préférentiellement avec échange de chaleur avec la formulation de solvants 5 (non représenté sur la [Fig.2] par soucis de simplification). Selon un ou plusieurs modes de réalisation, l'extracteur liquide-liquide 4 fonctionne de manière adiabatique.
- [0064] Selon un ou plusieurs modes de réalisation, le flux de recycle de raffinat 10, par exemple issu de la section de stripage de l'extrait 7, est alimenté au moins en partie en un point bas de l'extracteur liquide-liquide 4. Selon un ou plusieurs modes de réalisation, le flux de recycle de raffinat 10 est alimenté en fond de l'extracteur liquide-liquide 4. Selon un ou plusieurs modes de réalisation, le flux de recycle de raffinat 10 est alimenté entre le point intermédiaire et le point d'extraction de l'extrait 3. Selon un ou plusieurs modes de réalisation, le flux de recycle de raffinat 10, est alimenté en un point bas de l'extracteur liquide-liquide 4 et en un point haut de l'extracteur liquide-liquide 4, par exemple entre le point intermédiaire et le point d'alimentation de la formulation de solvants 5. La division du flux de recycle de raffinat 10 permet d'obtenir un rendement amélioré de récupération des aromatiques tout en garantissant une pureté élevée, notamment en BTX.
- [0065] Selon un ou plusieurs modes de réalisation, le ratio massique de la formulation de solvants 5 sur la charge 1 est compris entre 0,1 et 50, de préférence entre 0,5 et 20, de préférence entre 1 et 9, de préférence entre 2 et 8, tel qu'entre 3 et 7. Selon un ou plusieurs modes de réalisation, le ratio massique du flux de recycle de raffinat 10 sur la charge 1 est compris entre 0,05 et 10, de préférence entre 0,1 et 8, de préférence entre 0,2 et 5, de préférence entre 0,3 et 2, tel que $0,9 \pm 0,2$.
- [0066] Selon un ou plusieurs modes de réalisation, l'extracteur liquide-liquide 4 est opéré à une pression comprise entre 0,05 et 3 MPaa (0,5 et 30 bara), de préférence entre 0,1 et 2 MPaa (1 et 20 bara), de préférence entre 0,2 et 1,5 MPaa (2 et 15 bara), de préférence entre 0,3 et 1 MPaa (3 et 10 bara), telle que à $6,5 \pm 2$ MPaa. Selon un ou plusieurs

modes de réalisation, l'extracteur est opéré à une température comprise entre 10 et 150°C, de préférence entre 15 et 120°C, de préférence entre 20 et 110°C.

Tour de lavage à l'eau 6

- [0067] Le lavage à l'eau du raffinat 2 permet l'élimination de solvant et/ou de co-solvant potentiellement présent dans le raffinat 2. Préférentiellement, le raffinat 2 est refroidi avant d'entrer dans la tour de lavage à l'eau 6. Préférentiellement, le raffinat 2 entre dans le bas de ladite tour, de l'eau 11 est introduite au haut de ladite tour, un flux non-aromatique 12 (raffinat 2 lavé et ainsi appauvri en solvant) sort en haut de ladite tour, et de l'eau de lavage 13 (concentré/enrichie en solvant et/ou en co-solvant) sort dans le bas de ladite tour. Selon un ou plusieurs modes de réalisation, le flux non-aromatique 12 comprend moins de 100 ppm poids, préférentiellement moins de 10 ppm poids, très préférentiellement moins de 1 ppm poids de solvant et/ou de co-solvant. Selon un ou plusieurs modes de réalisation, l'eau de lavage 13 est envoyée vers la section de stripage de l'eau (non représentée sur la [Fig.2] par soucis de simplification).
- [0068] Avantageusement, le flux non-aromatique 12 comprend moins de 25% poids, préférentiellement au moins 20% poids, très préférentiellement moins de 17% poids de composés aromatiques, par rapport au poids total du flux non-aromatique 12.

Section de stripage de l'extrait 7

- [0069] Le stripage de l'extrait 3 permet l'élimination de composés non aromatiques encore présents dans l'extrait 3. L'extrait 3 chargé en composés aromatiques, en solvant et en co-solvant est préférentiellement introduit en haut de la section de stripage de l'extrait 7. Dans la section de stripage de l'extrait 7 la pureté de l'extrait 3 est améliorée car les composés non-aromatiques résiduels entraînés avec les composés aromatiques (moins solubles dans le solvant) sont extraits sous forme de flux gazeux 14 en tête de la section de stripage de l'extrait 7. Selon un ou plusieurs modes de réalisation, le flux gazeux 14 est combiné avec de l'eau, telle que l'eau récupérée en tête de la section de stripage de l'eau. La séparation de phase dans un premier condenseur décanteur 15 permet le recycle de la phase hydrocarbonée vers l'extracteur liquide-liquide 4 en tant que flux de recycle de raffinat 10 et la phase aqueuse 16 est optionnellement combinée avec l'eau de lavage 13 et envoyée vers la section de stripage de l'eau. L'extrait purifié 17 est ensuite envoyé vers la tour de récupération des aromatiques 8 pour séparer les aromatiques du solvant et du co-solvant qui sont recyclés vers l'extracteur liquide-liquide 4.
- [0070] Le stripage de l'extrait 3 est préférentiellement effectué à basse pression ou même sous vide afin d'améliorer l'élimination des non-aromatiques du solvant et du co-solvant. Selon un ou plusieurs modes de réalisation, la section de stripage de l'extrait 7 est opérée à une pression de tête comprise entre 0,001 et 2 MPaa (0,01 et 20 bara), de

préférence entre 0,005 et 1 MPaa (0,05 et 10 bara), de préférence entre 0,01 et 0,8 MPaa (0,1 et 8 bara), de préférence entre 0,03 et 0,5 MPaa (0,3 et 5 bara), telle que $0,14 \pm 0,06$ MPaa. Selon un ou plusieurs modes de réalisation, la section de stripage de l'extrait 7 est opérée à une température de fond comprise entre 50 et 300°C, de préférence entre 100 et 250°C, de préférence entre 130 et 200°C, de préférence entre 145 et 195°C, telle que $180 \pm 5^\circ\text{C}$.

Section de stripage de l'eau (optionnelle)

[0071] Le stripage de l'eau de lavage 13 et de la phase aqueuse 16 dans la section optionnelle de stripage de l'eau permet d'éliminer les hydrocarbures dissous (principalement non aromatiques) de l'eau issue de la tête de la section de stripage de l'extrait 7 et optionnellement de la tour de lavage à l'eau 6.

[0072] Selon un ou plusieurs modes de réalisation, au moins une partie de l'eau obtenue en sortie de la section de stripage de l'eau est envoyée dans la tour de récupération des aromatiques 8, afin d'augmenter la quantité de vapeur de stripage envoyée en bas de la tour de récupération des aromatiques 8.

Tour de récupération des aromatiques 8

[0073] La tour de récupération des aromatiques 8 sépare l'extrait purifié 17 issu du fond de la section de stripage de l'extrait 7 en un flux aromatique 9 et la formulation de solvants 5. Préférentiellement, la tour de récupération des aromatiques 8 fonctionne sous vide. Avantageusement, le fonctionnement sous vide permet d'éviter une température de fond excessive, pouvant conduire à la décomposition du solvant et/ou du co-solvant. Selon un ou plusieurs modes de réalisation, de la vapeur d'eau 18, optionnellement associée à de la formulation de solvants (régénéré) est injectée dans le fond de la tour de récupération des aromatiques 8, pour améliorer l'extraction des aromatiques du solvant et du co-solvant. Les vapeurs de tête 19 de la tour de récupération des aromatiques 8 (comprenant essentiellement des composés aromatiques et optionnellement de l'eau) sont condensées et optionnellement décantées dans un deuxième condenseur décanteur 20. Selon un ou plusieurs modes de réalisation, une partie des vapeurs de tête condensées 21 est utilisée pour le reflux de la tour de récupération des aromatiques 8, le reste, constituant le flux aromatique 9 est sorti du procédé et préférentiellement envoyé à un complexe aromatique (unité de séparation et de production de composés aromatiques, et notamment de BTX). Une partie de l'eau décantée 22 dans le deuxième condenseur décanteur 20 peut optionnellement être envoyée vers la tour de lavage à l'eau 6 et le reste est recyclé à la section de stripage de l'eau. Le flux issu du fond de la tour de récupération des aromatiques 8 est composé de solvant et de co-solvant régénérés envoyé vers l'extracteur liquide-liquide 4, et optionnellement vers la section de stripage de l'extrait 7 et/ou vers la section de régénération (non représentée).

- [0074] Selon un ou plusieurs modes de réalisation, la tour de récupération des aromatiques 8 est opérée à une pression de tête comprise entre 0,001 et 2 MPaa (0,01 et 20 bara), de préférence entre 0,005 et 1 MPaa (0,05 et 10 bara), de préférence entre 0,01 et 0,5 MPaa (0,1 et 5 bara), de préférence entre 0,015 et 0,2 MPaa (0,15 et 2 bara), telle que $0,06 \pm 0,04$ MPaa. Selon un ou plusieurs modes de réalisation, la tour de récupération des aromatiques 8 est opérée à une température de fond comprise entre 50 et 300°C, de préférence entre 100 et 250°C, de préférence entre 120 et 200°C, de préférence entre 130 et 195°C, telle que $170 \pm 25^\circ\text{C}$.
- [0075] Avantageusement, le flux aromatique 9 comprend au moins 95% poids, préfé-
rablement au moins 99% poids, très préféablement au moins 99,5% poids de
composés aromatiques, par rapport au poids total du flux aromatique 9.

Exemples

- [0076] Une charge 1 et une formulation de solvants 5 sont ajoutées en un point intermédiaire et en tête de l'extracteur liquide-liquide 4, respectivement. Un flux de recycle de raffinat 10 est également envoyé dans l'extracteur liquide-liquide 4.
- [0077] L'extracteur liquide-liquide 4 est opéré à une température de 54°C.
- [0078] Un raffinat 2 est extrait en tête de l'extracteur liquide-liquide 4 puis est envoyé vers la tour de lavage à l'eau 6 pour enlever le peu de solvant et de co-solvant qui sont entraînés dans le raffinat 2. L'eau de lavage 13 est composée essentiellement d'eau, le flux non-aromatique 12 est composé du raffinat essentiellement exempt de solvant et de co-solvant.
- [0079] Par soucis de simplification, les sections optionnelles de stripage de l'eau et de régénération du solvant ne sont pas représentées sur la [Fig.2]. Lesdites sections optionnelles de stripage de l'eau et de régénération du solvant permettent de traiter les flux d'eau utilisés dans le procédé selon l'invention et de purifier le solvant et le co-solvant.
- [0080] L'extrait 3 de l'extracteur liquide-liquide 4 alimente la section de stripage de l'extrait 7 qui permet d'éliminer les non aromatiques entraînés avec le solvant, le co-solvant et les aromatiques et créer le flux de recycle de raffinat 10 suffisant pour retourner à l'extracteur liquide-liquide 4. Au préalable, le flux gazeux 14 en tête de la section de stripage de l'extrait 7 est envoyé vers le premier condenseur décanteur 15 afin d'éliminer la phase aqueuse 16.
- [0081] La section de stripage de l'extrait 7 comprend une colonne de stripage opérée à une température de fond d'au moins 180°C.
- [0082] L'extrait purifié 17 en fond de la section de stripage de l'extrait 7 contenant essentiellement le solvant, le co-solvant et des aromatiques est envoyé vers la tour de récupération des aromatiques 8, qui permet de récupérer en fond le solvant et le co-solvant

recyclés vers l'extracteur liquide-liquide 4 en tant que formulation de solvants 5, et de récupérer un flux de tête qui est envoyé vers le deuxième condenseur décanteur 20 qui permet de soutirer une eau décantée 22 et un flux aromatique 9. La tour de récupération des aromatiques 8 fonctionne par l'envoi de vapeur d'eau 18 en fond de colonne.

- [0083] La tour de récupération des aromatiques 8 est opérée à une température de fond d'au moins 180°C.
- [0084] Les performances d'un procédé d'extraction liquide-liquide des aromatiques d'une charge essence ex-FCC (Voir Table 2) fonctionnant comme décrit dans la [Fig.2] sont présentées dans les Tables 3 et 4.
- [0085] L'exemple 1 de référence concerne l'utilisation de sulfolane seul en tant que formulation de solvants. Les exemples 2 et 3 selon l'invention concernent l'utilisation de 80% poids de sulfolane en mélange avec 20% poids de tetraéthylèneglycolmonométhylether.
- [0086] A iso taux de solvant (exemples 1 et 2), il est montré que les rendements en aromatiques sont améliorés de 2 points avec le mélange de solvants (Voir Table 3 : 95,13% vs 97,26%). Ce constant est vrai pour toutes les familles d'aromatiques. En outre, la pureté des aromatiques récupérés reste supérieure à 99,5% dans le cas de l'exemple 2 selon l'invention (voir Table 4).
- [0087] L'exemple 3 selon l'invention présente le même procédé que l'exemple 2 avec un ratio formulation de solvants sur charge diminué approximativement de 19% (6,5 vs 8,0) et dont les performances sont équivalentes à celles de l'exemple 1 de référence (voir Table 4). Les couts opérationnels liés au procédé (OPEX) étant directement liés au débit de solvant, une diminution de ce taux de solvant permet une réduction significative des couts.
- [0088] [Tableaux2]

Composés	% poids
Paraffines et iso paraffines	32,80
Naphtènes	12,90
Aromatiques en C6	5,96
Aromatiques en C7	10,63
Aromatiques en C8	14,40
Aromatiques en C9	12,40
Aromatiques en C10	8,80
Aromatiques en C11	2,10

[0089] [Tableaux3]

Exemple	Exemple 1	Exemple 2	Exemple 3
Ratio formulation de solvants sur charge	8,0	8,0	6,5
Rendement total aromatiques (% poids)	95,13	97,26	95,36
Rendement A6-A10 (% poids)	96,74	98,15	96,63
Rendement A6 (% poids)	99,97	99,95	99,91
Rendement A7 (% poids)	99,96	99,97	99,94
Rendement A8 (% poids)	99,76	99,89	99,73
Rendement A9 (% poids)	95,77	98,04	95,75
Rendement A10 (% poids)	87,10	92,02	86,58
Rendement A11 (% poids)	54,91	75,18	63,73

[0090] [Tableaux4]

Exemple	Exemple 1	Exemple 2	Exemple 3
Ratio formulation de solvants sur charge	8,0	8,0	6,5
Pureté benzène (% poids)	99,95	99,95	99,95
Pureté toluène (% poids)	99,70	99,51	99,57
Pureté A8 (% poids)	99,81	99,68	99,69

Revendications

- [Revendication 1] Procédé d'extraction liquide-liquide d'une charge comprenant des composés aromatiques, le procédé comprenant le traitement de la charge (1) dans un extracteur liquide-liquide (4) alimenté avec une formulation de solvants (5) pour séparer au moins un extrait (3) concentré en composés aromatiques par rapport à la charge (1), et un raffinat (2) concentré en composés non-aromatiques par rapport à la charge (1), la formulation de solvants (5) comprenant du sulfolane et au moins un co-solvant choisi parmi :
- le tétraéthylèneglycoldiméthylether,
 - le tétraéthylèneglycolmonométhylether,
 - le tétraéthylèneglycol,
 - le pentaéthylèneglycolmonométhylether,
 - le tétraéthylèneglycolmonobutylether,
 - le tétraéthylèneglycolmonoéthylether,
 - le tripropylèneglycolmonobutylether, et
 - les mélanges de ceux-ci.
- [Revendication 2] Procédé selon la revendication 1, dans lequel l'au moins un co-solvant est choisi parmi :
- le tétraéthylèneglycoldiméthylether,
 - le tétraéthylèneglycol,
 - le tripropylèneglycolmonobutylether, et
 - les mélanges de ceux-ci.
- [Revendication 3] Procédé selon la revendication 1, dans lequel l'au moins un co-solvant comprend du tétraéthylèneglycolmonométhylether.
- [Revendication 4] Procédé selon l'une des revendications précédentes, dans lequel la formulation de solvants (5) comprend au moins 50% poids, préférablement au moins 60% poids, très préférablement au moins 70% poids de sulfolane, par rapport au poids total de la formulation de solvants (5).
- [Revendication 5] Procédé selon l'une des revendications précédentes, dans lequel la formulation de solvants (5) comprend entre 60% poids et 95% poids, préférablement entre 70% poids et 90% poids de sulfolane, très préférablement entre 75% poids et 85% poids de sulfolane, par rapport au poids total de la formulation de solvants (5).
- [Revendication 6] Procédé selon l'une des revendications précédentes, dans lequel la formulation de solvants (5) comprend entre 2% poids et 50% poids, préférablement entre 5% poids et 40% poids, très préférablement entre 10%

poids et 30% poids de co-solvant, de préférence entre 15% poids et 25% poids de co-solvant, par rapport au poids total de la formulation de solvants (5).

- [Revendication 7] Procédé selon l'une des revendications précédentes, dans lequel la charge comprend des composés hydrocarbonés à 5 à 10 atomes de carbone, ou à 5 à 11 atomes de carbone, ou à 6 à 10 atomes de carbone, ou à 6 à 11 atomes de carbone.
- [Revendication 8] Procédé selon l'une des revendications précédentes, dans lequel la formulation de solvants comprend en outre un anti-solvant, préférablement l'anti-solvant comprend de l'eau.
- [Revendication 9] Procédé selon l'une des revendications précédentes, dans lequel le ratio massique de la formulation de solvants (5) sur la charge (1) est compris entre 0,1 et 50, de préférence entre 0,5 et 20, de préférence entre 1 et 9, de préférence entre 2 et 8.
- [Revendication 10] Procédé selon l'une des revendications précédentes, dans lequel l'extracteur liquide-liquide (4) est opéré à une pression comprise entre 0,05 et 3 MPaa, de préférence entre 0,1 et 2 MPaa, de préférence entre 0,2 et 1,5 MPaa, de préférence entre 0,3 et 1 MPaa, et/ou à une température comprise entre 10 et 150°C, de préférence entre 15 et 120°C, de préférence entre 20 et 110°C.
- [Revendication 11] Procédé selon l'une des revendications précédentes, comprenant les étapes suivantes :
- stripage de l'extrait (3) dans une section de stripage de l'extrait (7) pour séparer un flux gazeux (14) comprenant les hydrocarbures les plus légers contenus dans l'extrait (3) et un extrait purifié (17) ;
 - séparation de l'extrait purifié (17) dans une tour de récupération des aromatiques (8) pour séparer la formulation de solvants (5) et des vapeurs de tête (19) comprenant un flux aromatique (9).
- [Revendication 12] Procédé selon la revendication 11, comprenant au moins une des étapes suivantes :
- séparation de phase du flux gazeux (14) dans un premier condenseur décanteur (15) pour séparer un flux de recycle de raffinat (10) et une phase aqueuse (16) ;
 - lavage à l'eau du raffinat (2) au moyen d'une tour de lavage à l'eau (6) alimentée en eau pour produire un flux non-aromatique (12) et de l'eau de lavage (13) ;
 - régénération d'au moins une portion de la formulation de solvants (5) au moyen d'une section de régénération par un entraînement à la

vapeur ;

- condensation des vapeurs de tête (19) dans un deuxième condenseur décanteur (20) pour produire le flux aromatique (9).

[Revendication 13] Procédé selon la revendication 12, comprenant au moins une des étapes suivantes :

- recyclage du flux de recycle de raffinat (10) vers l'extracteur liquide-liquide (4) ;

- stripage des composés hydrocarbures présents dans l'eau de lavage (13) et/ou dans la phase aqueuse (16) au moyen d'une section de stripage de l'eau pour produire de l'eau ;

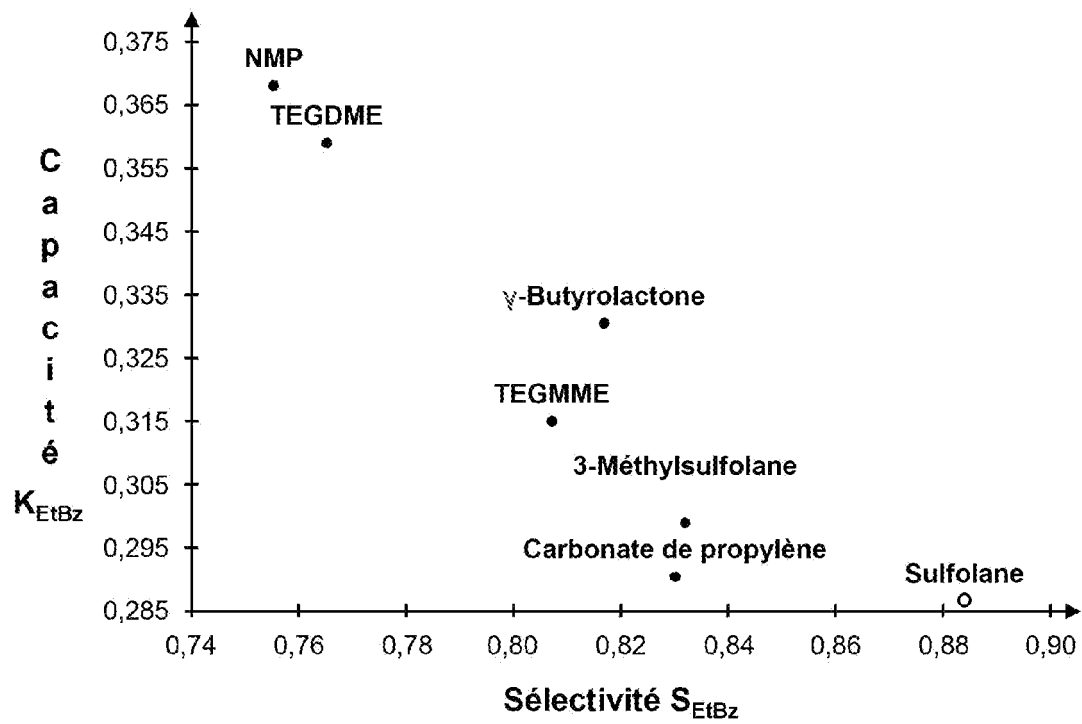
- alimentation de la tour de récupération des aromatiques (8) en vapeur d'eau (18) pour produire des vapeurs de tête (19) comprenant en outre de la vapeur d'eau, et condensation des vapeurs de tête dans le deuxième condenseur décanteur (20) pour produire le flux aromatique (9) et de l'eau décantée (22).

[Revendication 14] Procédé selon la revendication 13, dans lequel le ratio massique du flux de recycle de raffinat (10) sur la charge (1) est compris entre 0,05 et 10, de préférence entre 0,1 et 8, de préférence entre 0,2 et 5, de préférence entre 0,3 et 2.

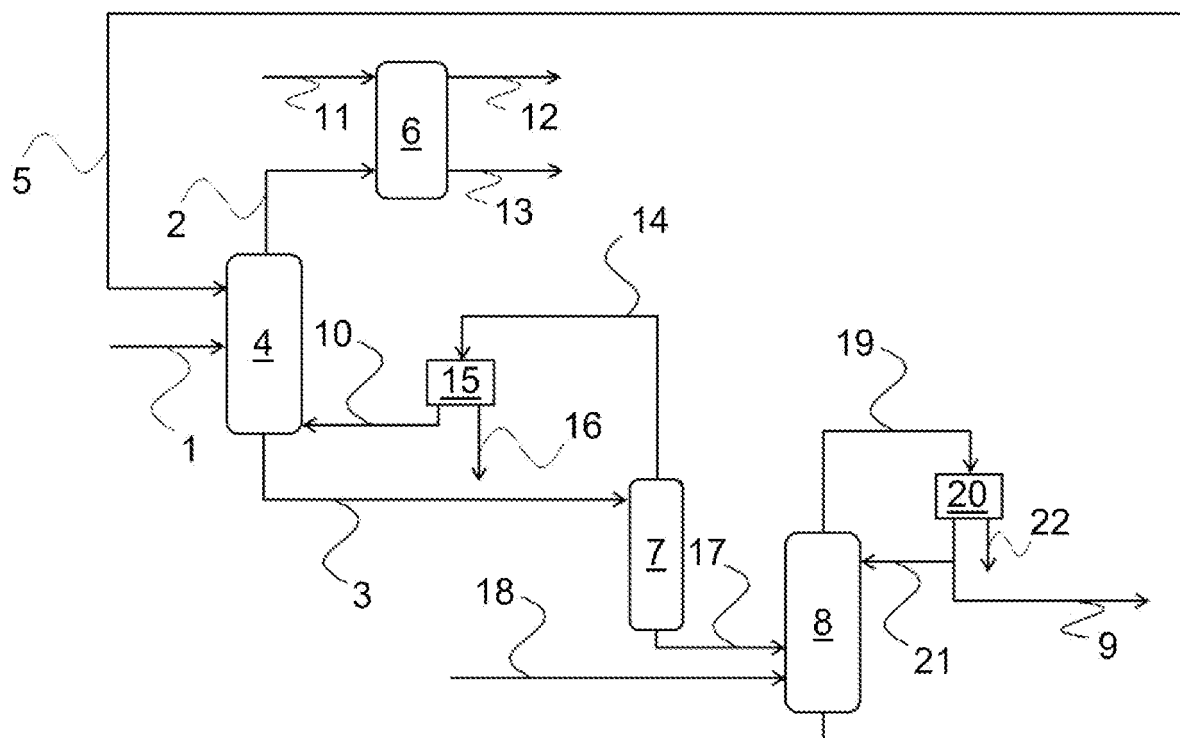
[Revendication 15] Formulation de solvants pour l'extraction liquide-liquide d'une charge comprenant des composés aromatiques, la formulation de solvants (5) comprenant du sulfolane et au moins un co-solvant choisi parmi :

- le tétraéthylèneglycoldiméthylether,
- le tétraéthylèneglycolmonométhylether,
- le tétraéthylèneglycol,
- le pentaéthylèneglycolmonométhylether,
- le tétraéthylèneglycolmonobutylether,
- le tétraéthylèneglycolmonoéthylether,
- le tripropylèneglycolmonobutylether, et
- les mélanges de ceux-ci.

[Fig. 1]



[Fig. 2]



RAPPORT DE RECHERCHE PRÉLIMINAIRE

N° d'enregistrement
national

établi sur la base des dernières revendications
déposées avant le commencement de la recherche

FA 922826
FR 2304754

DOCUMENTS CONSIDÉRÉS COMME PERTINENTS		Revendication(s) concernée(s)	Classement attribué à l'invention par l'INPI
Catégorie	Citation du document avec indication, en cas de besoin, des parties pertinentes		
X	US 2014/262740 A1 (MCCAULLEY MICHAEL [US]) 18 septembre 2014 (2014-09-18) * alinéas [0019], [0024] * * revendications; figures * -----	1, 2, 4-7, 9-15	C07C 15/02 C07C 7/10 C10G 21/02 C10G 21/16
X	EP 2 268 772 B1 (CPC CORP TAIWAN [TW]; AMT INT INC [US]) 25 avril 2018 (2018-04-25) * alinéas [0017], [0038], [0041] * * revendications; figures; exemples; tableaux * -----	1, 2, 4-15	
X	CN 103 360 201 A (CHINA PETROLEUM & CHEMICAL; SINOPEC RES INST PETROLEUM) 23 octobre 2013 (2013-10-23) * revendications; figure 1 * * alinéa [0030] * -----	1, 3-15	
X	CN 115 491 222 A (SHANGHAI YANKUANG ENERGY TECH RESEARCH AND DEVELOPMENT CO LTD) 20 décembre 2022 (2022-12-20) * revendications; figure 1 * -----	1, 3-15	DOMAINES TECHNIQUES RECHERCHÉS (IPC) B01D C07C C10G
Date d'achèvement de la recherche		Examineur	
8 mars 2024		Retucci, Lisa	
CATÉGORIE DES DOCUMENTS CITÉS 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 bénéficiant d'une date antérieure à la date de dépôt et qui n'a été publié qu'à cette date de dépôt ou qu'à une date postérieure. D : cité dans la demande L : cité pour d'autres raisons & : membre de la même famille, document correspondant	

ANNEXE AU RAPPORT DE RECHERCHE PRÉLIMINAIRE **RELATIF A LA DEMANDE DE BREVET FRANÇAIS NO. FR 2304754 FA 922826**

La présente annexe indique les membres de la famille de brevets relatifs aux documents brevets cités dans le rapport de recherche préliminaire visé ci-dessus.
Les dits membres sont contenus au fichier informatique de l'Office européen des brevets à la date du **08-03-2024**
Les renseignements fournis sont donnés à titre indicatif et n'engagent pas la responsabilité de l'Office européen des brevets, ni de l'Administration française

Document brevet cité au rapport de recherche		Date de publication	Membre(s) de la famille de brevet(s)	Date de publication
US 2014262740 A1	18-09-2014	AR 095558 A1	28-10-2015	
		AU 2014236246 A1	05-11-2015	
		BR 112015023353 A2	18-07-2017	
		CA 2906089 A1	25-09-2014	
		KR 20150127715 A	17-11-2015	
		TW 201440861 A	01-11-2014	
		US 2014262740 A1	18-09-2014	
		WO 2014153159 A1	25-09-2014	

EP 2268772 B1	25-04-2018	CN 102046760 A	04-05-2011	
		EP 2268772 A1	05-01-2011	
		ES 2677324 T3	01-08-2018	
		KR 20110015546 A	16-02-2011	
		TW 200942515 A	16-10-2009	
		US 2009255853 A1	15-10-2009	
		WO 2009126127 A1	15-10-2009	

CN 103360201 A	23-10-2013	AUCUN		

CN 115491222 A	20-12-2022	AUCUN		
