

ROYAUME DE BELGIQUE

SPF ECONOMIE, P.M.E.,
CLASSES MOYENNES & ENERGIE

Office de la Propriété intellectuelle

NUMERO DE PUBLICATION : 1018538A3

NUMERO DE DEPOT : 2008/0501

Classif. Internat. : B01D C07C

Date de délivrance le : 01 Mars 2011

Le Ministre pour l'entreprise,

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

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

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

Vu le procès verbal dressé le 11 Septembre 2008 à 14H30 à l'Office de la Propriété Intellectuelle

ARRETE:

ARTICLE 1.- Il est délivré à : BASF SE
,D-67056 LUDWIGSHAFEN(DEUTSCHLAND)

représenté(e)s par : GEVERS François, GEVERS, Holidaystraat 5, - B 1831 DIEGEM.

un brevet d'invention d'une durée de 20 ans, sous réserve du paiement des taxes annuelles, pour : PROCEDE POUR LA MISE EN OEUVRE D'UNE SEPARATION EN CONTINU D'UN PRODUIT CIBLE X SOUS LA FORME D'UN PRODUIT CRISTALLISE FINEMENT REPARTI DU PRODUIT CIBLE

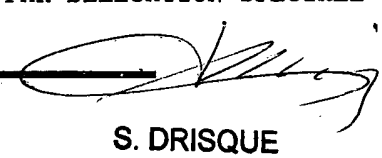
INVENTEUR(S) : Heilek Jörg, Im Schlag 17, D-69425 Bammental (DE); Hammon Ulrich, Kalmitstrasse 8, D-68163 Mannheim (DE); Müller-Engel Klaus Joachim, Bahnhofstrasse 82, D-76297 Stutensee (DE)

PRIORITE(S) 13.09.07 DEDEA070437589 13.09.07 USUSA60/972023

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

Pour expédition certifiée conforme

Bruxelles, le 01 Mars 2011
PAR DELEGATION SPECIALE :


DRISQUE S.
Conseiller
S. DRISQUE
Conseiller**.be**

PROCEDE POUR LA MISE EN OEUVRE D'UNE SEPARATION
EN CONTINU D'UN PRODUIT CIBLE X SOUS LA FORME
D'UN PRODUIT CRISTALLISE FINEMENT REPARTI
DU PRODUIT CIBLE X

5

La présente invention concerne un procédé de mise en oeuvre d'une séparation en continu d'un produit cible X sous la forme d'un produit cristallisé finement réparti du produit cible X à partir d'une

10 phase liquide P constituée du produit cible X ainsi que de constituants B_i différents du produit cible X, dont la fraction molaire totale en constituant B_i présente la valeur M_B^{ges} , à l'aide d'un échangeur de chaleur indirect présentant un espace secondaire et au

15 moins un espace primaire, dans lequel l'espace secondaire et le au moins un espace primaire sont séparés spatialement l'un de l'autre respectivement par au moins une cloison matérielle, qui sert de surface pour le transfert de chaleur de l'espace

20 secondaire au moins un espace primaire, dans lequel un courant de phase liquide P, et un débit massique $\dot{m}_x$ de produit cible X en tant que constituant de celui-ci, est introduit dans l'espace secondaire de l'échangeur de chaleur, tandis que le au moins un

25 espace primaire est parcouru simultanément par au moins un milieu de refroidissement fluide, qui est amené au au moins un espace primaire à la température T_K^{ein} , de sorte que dans l'espace secondaire se forme à partir de la phase liquide P, avec subsistance d'une

phase résiduelle liquide R, du produit cristallisé finement réparti du produit cible X, qui est mis en suspension dans la phase résiduelle liquide R subsistante, qui contient, en comparaison avec la phase liquide P, de manière enrichie les constituants différents du produit cible X et dont la teneur en produit cible X est d'au moins 70 %, avec obtention d'une suspension S présentant un degré de produit cristallisation Y, du produit cristallisé finement réparti du produit cible X dans la phase résiduelle liquide R, un courant de la suspension S est retiré en continu de l'espace secondaire de l'échangeur de chaleur, dans des états de fonctionnement I et II différents l'un de l'autre, où, dans l'état de fonctionnement I, le au moins un milieu de refroidissement fluide de température T_K^{ein} (I) est amené au au moins un espace primaire et le courant de phase liquide P ayant un débit massique $\dot{m}_X$ (I), contenu dans ce même courant, de produit cible X est amené à l'espace secondaire, et, dans l'état de fonctionnement II, le au moins un milieu de refroidissement fluide de température T_K^{ein} (II) est amené au au moins un espace primaire et le courant de phase liquide P de débit massique $\dot{m}_X$ (II), contenu dans le même courant, de produit cible X étant amené à l'espace secondaire, sous réserve que $\dot{m}_X$ (II) > $\dot{m}_X$ (I) et T_K^{ein} (II) < T_K^{ein} (I).

Des procédés pour la séparation en continu d'un produit cible X sous la forme d'un produit cristallisé finement réparti composé d'une phase liquide P contenant le produit cible X ainsi que de constituants B_i différents du produit cible X à l'aide d'un échangeur de chaleur indirect présentant un

espace secondaire et au moins un espace primaire (refroidisseur ou cristalliseur) sont connus (cf. par exemple les documents DE-A 10 332 758, WO 2004/035 514, "Research Disclosure Database" Numéros 496005 et 479008 ainsi que la demande allemande ayant la référence 10 2007 004 960.0).

Grâce au transfert de chaleur en provenance de la phase liquide P, amenée à l'espace secondaire au travers de la cloison (la surface de transfert de chaleur) séparant l'espace secondaire et le au moins un espace primaire les uns des autres, jusque dans l'agent de refroidissement s'écoulant dans le au moins un espace primaire, la phase liquide P refroidit jusqu'à ce que la limite de saturation de la phase liquide P avec du produit cible X soit dépassée et que la sursaturation soit compensée par une formation d'un produit cristallisé du produit cible X.

Le terme "degré de cristallisation Y" de la suspension de produit cristallisé S présentant de manière suspendue du produit cristallisé de produit cible finement réparti dans la phase résiduelle liquide R signifie dans ce document la fraction massique mais également la part massique du produit cristallisé finement réparti contenu dans la suspension S sur la masse totale de la suspension S. On calcule ainsi le degré de cristallisation Y sous la forme d'une fraction constituée de la masse de produit cristallisé $m_{Kr,Y}$ contenue dans la suspension S pour le degré de cristallisation Y, divisé par la masse totale m_s de la suspension :

$$Y = \frac{m_{Kr,Y}}{m_s}$$

Le degré de cristallisation Y de la suspension S se situe ainsi de manière nécessaire entre 0 et 1. La valeur "0" correspond à une phase exclusivement liquide et la valeur "1" correspond à une phase exclusivement solide (c'est-à-dire, que dans les deux cas aucune suspension n'est plus présente).

Si un constituant B_i est contenu dans la phase liquide P en la quantité molaire n_i (la quantité molaire n_i se calcule ici à partir de la masse, en laquelle le constituant B_i est contenu dans la phase liquide P , divisée par la masse molaire du constituant B_i) et si le produit cible X est contenu dans la phase liquide P en la quantité molaire n_X (la quantité molaire n_X se calcule ici à partir de la masse, en laquelle le produit cible X est contenu dans la phase liquide P , divisée par la masse molaire du produit cible X), alors la fraction molaire M_B^i du constituant B_i contenu dans la phase liquide P est comprise comme étant le quotient du nombre molaire n_i , divisé par la somme formée à partir du nombre molaire n_X et des nombres molaires respectifs de tous les constituants, différents du produit cible X , contenus dans la phase liquide P . C'est-à-dire,

$$M_B^i = \frac{n_i}{n_X + \sum_{i=1}^I n_i}$$

en supposant que la phase liquide P contient au total I de produit cible X et de constituants B_i différents les uns des autres.

Par fraction molaire totale M_B^{ges} des constituants B_i , différents du produit cible X , contenus dans la phase liquide P , on comprend dans ce

document la somme de toutes les valeurs individuelles M_B^i calculées pour les constituants B_i respectifs.

De manière correspondante, la fraction molaire M_x , en laquelle le produit cible X est contenu dans la phase liquide P, est définie par

$$M_x = \frac{n_x}{n_x + \sum_{i=1}^I n_i}$$

On admet la relation $M_x + M_B^{\text{ges}} = 1$.

Une séparation par cristallisation d'un produit cible X à partir d'une phase liquide P contenant le produit cible X ainsi que les constituants différents du produit cible X est en particulier utilisée pour séparer le produit cible X des sous-produits formés dans le cadre de sa préparation. La préparation du produit cible X peut en outre être réalisée déjà immédiatement par réaction chimique dans la phase liquide. Naturellement, la préparation du produit cible X peut aussi être réalisée par exemple dans la phase gazeuse, à partir de laquelle le produit cible X peut ensuite être transféré dans la phase liquide, en règle générale grâce à des opérations de condensation et/ou d'absorption, normalement en commun avec quelques composants secondaires accompagnant le produit cible X dans la phase gazeuse.

La séparation par cristallisation du produit cible X peut alors avoir lieu sous la forme d'un procédé de séparation thermique "fin" essentiellement directement à partir de la phase liquide apparaissant dans le cadre de la préparation du produit cible X et contenant le produit cible X et les composants secondaire s.

Préalablement à l'utilisation d'une séparation par cristallisation du produit cible X, on soumet cependant initialement fréquemment la phase liquide mentionnée ci-dessus à au moins un procédé de séparation thermique "diffus" afin de séparer une
5 quantité partielle des composants secondaires, mentionnés ci-dessus, du produit cible X.

Un procédé de séparation diffus est ici défini comme étant un procédé de séparation, dans
10 lequel, d'un point de vue thermodynamique, la composition de la phase, contenant de manière enrichie du produit cible X et se formant lors de l'utilisation du procédé de séparation, est fortement dépendante de manière thermodynamiquement nécessaire de la
15 composition du mélange à soumettre au procédé de séparation (cf. par exemple le diagramme Mc-Cabe-Thiele). La distillation simple, la rectification, l'absorption, la condensation fractionnante, la désorption, l'extraction, le stripage, la
20 rectification azéotrope, etc. appartiennent par exemple aux procédés de séparation thermique diffus.

A la différence de cela, la séparation par cristallisation est un procédé de séparation thermique fin dans la mesure où la composition des cristaux se
25 formant est du point de vue thermodynamique en majeure partie indépendante de la composition du mélange initial liquide (cf. également les documents DE-A 10 2005 009 890 et DE-A 10 300 816).

L'avantage des procédés de séparation diffus pointu est en règle générale constitué par le fait
30 peuvent être mis en oeuvre avec des rendements espace-temps élevés. L'inconvénient des procédés de séparation diffus est cependant que l'efficacité de

séparation atteinte par ceux-ci est comparativement limité.

L'inconvénient des procédés de séparation fins est leur rendement espace-temps habituellement comparativement limité, pour une action séparatrice cependant la plus élevée en marche normale.

C'est pourquoi les deux principes de séparation sont également utilisés, dans la technique antérieure mentionnée ci-dessus, fréquemment dans la combinaison suivante.

Pour le mélange de produit apparaissant dans le cadre de la préparation du produit cible X, on utilise initialement au moins un procédé de séparation thermique diffus et la phase liquide P est produite, qui contient déjà de manière enrichie, comparée à sa part en poids dans le mélange de produit, le produit cible X. Cette phase liquide P, qui contient encore, en plus du produit cible X, des composants secondaires différents du produit cible X, est soumise ensuite à une isolation par cristallisation du produit cible X, et la phase résiduelle liquide R subsistante (qui est également fréquemment appelée eau mère), qui contient de manière comparativement enrichie les composants secondaires, est recyclée au moins partiellement dans au moins un procédé de séparation thermique diffus utilisé préalablement. De cette manière, les avantages des deux principes de séparation peuvent être mis simultanément en valeur.

C'est pourquoi une phase liquide P à soumettre à une séparation par cristallisation du produit cible X et présentant un produit cible X (et cela concerne également les phases liquides P relevant de cette demande) contient dans beaucoup de cas au moins deux, la plupart du temps au moins trois ou

quatre, fréquemment au moins cinq ou six et souvent au moins sept ou huit, ou bien au moins neuf ou dix composants secondaires différents du produit cible X (des composants secondaires de ce type sont donc
5 contenus dans la phase liquide P au sens de cette présente demande, quand ils peuvent être mis en évidence par exemple par chromatographie gazeuse, chromatographie liquide ou d'une autre manière (par exemple comme de l'eau par titration selon Karl
10 Fischer) comme étant un composant de celle-ci.

En plus de produits secondaires caractéristiques des conditions de préparation du produit cible X, la phase liquide P contenant le produit cible X peut contenir de manière
15 supplémentaire des solvants ou un mélange de solvants et/ou des adjuvants co-utilisés pour la séparation du produit cible X à partir d'un mélange de produits réactionnels dans le cadre de la production de la phase liquide P (par exemple agent d'absorption, agent
20 d'extraction, etc.). C'est-à-dire que la phase résiduelle liquide R peut être par exemple aussi bien des fusions du produit cible X et des impuretés que des solutions composées de produit cible X et de solvants (ou bien des mélanges de solvants) ainsi
25 qu'en règle générale des impuretés.

A un procédé, tel que décrit en préambule, de séparation par cristallisation en continu d'un produit cible X à partir d'une phase liquide P contenant le produit cible X ainsi que des composants
30 secondaires (constituants) différents du produit cible X, se raccorde habituellement un procédé, opéré en continu, de séparation du produit cristallisé du produit cible X, contenu de manière suspendue dans la suspension (de produit cristallisé) S dans la phase

résiduelle liquide R, d'avec la phase résiduelle liquide R ("eau mère").

Une telle séparation peut être entreprise par exemple grâce à une filtration, grâce à une centrifugation tamisante et/ou dans des colonnes de lavage, comme le décrivent par exemple le document WO 01/77 056 ainsi que la technique antérieure citée. Normalement, une séparation de ce type implique également un lavage du produit cristallisé séparé, pour éliminer de la surface cristalline l'eau mère adhérente. Un tel lavage peut avoir lieu par exemple avec la fusion du produit cristallisé préalablement séparé et lavé.

Il est en outre essentiel pour une séparation en continu efficace (ainsi que concernant l'action de séparation et le rendement espace-temps) du produit cristallisé en suspension d'avec l'eau mère subsistante (phase résiduelle liquide R), que le dispositif de séparation utilisé pour la séparation soit adapté dans sa conception (dans son modèle) au degré de cristallisation Y de la suspension (de produit cristallisé) S et que Y reste stable à l'intérieur de certaines limites pendant le fonctionnement en continu.

Le degré de cristallisation Y de la suspension S influence ainsi par exemple toutes les propriétés techniques d'écoulement de la suspension S. Mais il influence par exemple aussi la structure intérieure du tourteau de produit cristallisé à laver ou du lit de produit cristallisé à laver et co-détermine grâce à cela également l'action de lavage ainsi que les pressions régnant lors du lavage. Ces dernières peuvent en particulier augmenter de manière abrupte (par exemple exponentielle) dans des cas

défavorables par exemple pour des colonnes de lavage avec transport contraint sous la forme d'un dispositif de séparation spécifié dans le cas d'une augmentation non souhaitée du degré de cristallisation Y pour des débits massiques sinon identiques, et provoquer un arrêt de sécurité ou un endommagement du dispositif de séparation. Mais le degré de cristallisation Y influence aussi la perméabilité du tourteau de produit cristallisé ou du lit de produit cristallisé pour la phase résiduelle liquide R (l'eau mère subsistante lors de la séparation par cristallisation). En outre, dans le cas de faibles degrés de cristallisation Y lors de l'utilisation de centrifugeuses à poussoir pour la séparation de produit cristallisé, il peut se produire un débordement de la suspension de produit cristallisé. Dans des colonnes de lavage hydraulique, des degrés de cristallisation Y trop faibles peuvent avoir pour conséquence la perte du lit de produit cristallisé stable.

En fonction du problème de séparation respectif (en incluant le dispositif de séparation utilisé) ainsi que le type et la taille des cristaux constituant le produit cristallisé, le degré de cristallisation Y idéal se situe fréquemment dans la plage de 0,10 à 0,50, avec une fréquence plus élevée dans la plage de 0,20 à 0,40, et il est de manière particulièrement fréquente de 0,25 à 0,35 ou 0,30.

Pour une séparation en continu, comme décrit en préambule, d'un produit cible X sous la forme d'un produit cristallisé finement réparti du produit cible X à partir d'une phase liquide P contenant le produit cible X ainsi que les constituants différents du produit cible X, avec utilisation d'un procédé de cristallisation décrit en préambule de ce document, il

est par conséquent souhaitable que le degré de cristallisation Y à la base de la conception du dispositif soit maintenu constant à l'intérieur de certaines limites (qui sont spécifiques au problème de séparation respectif ainsi qu'au système de séparation respectivement utilisés) sur la durée de mise en oeuvre du procédé de séparation.

De manière avantageuse, le produit du degré de cristallisation Y par le nombre 100 ne doit pas s'écarter, sur la durée de mise en oeuvre du procédé de séparation de plus de $\pm 30 \%$, au mieux de pas plus de $\pm 20 \%$, avantageusement de pas plus de $\pm 10 \%$, de manière plus avantageuse de pas plus de $\pm 5 \%$, de préférence de pas plus de $\pm 4 \%$, de manière particulièrement préférée de pas plus de $\pm 3 \%$ et de manière tout particulièrement préférée de pas plus de $\pm 2 \%$ ou de pas plus de $\pm 1 \%$ du produit correspondant de la valeur de consigne souhaitée pour Y ou de la valeur stationnaire (en tant que base de référence) de Y .

Pour un courant de phase liquide P amené de manière non modifiée à l'espace secondaire de l'échangeur de chaleur sur la durée de mise en oeuvre, ainsi que pour le courant de milieu de refroidissement fluide ayant traversé de manière non modifiée le au moins un espace primaire, le degré de cristallisation Y de la suspension (de produit cristallisé) S évacuée en continu de l'espace secondaire est en particulier déterminé par la température T_k^{ein} , à laquelle le milieu de refroidissement fluide est amené au au moins un espace primaire.

Dans la plupart des cas, la demande du marché se porte par exemple sur un produit cible X

(par exemple vers un composé cible organique comme l'acide acrylique, l'acide méthacrylique, le p-xylène ou la N-vinylpyrrolidone) mais ne représente pas une valeur stable, et fluctue au contraire sur de longues périodes. Elle peut par exemple augmenter de manière inconstante. Au lieu de réagir avec une installation de production supplémentaire à un besoin du marché ayant augmenté d'une telle manière, on peut également réagir à celui-ci avec une augmentation du rendement espace-temps en produit cible X dans des installations de production déjà constituées. A l'inverse, le rendement espace-temps en produit cible X dans ces mêmes installations de production doit donc être à nouveau abaissé dans le cas d'une demande en baisse du marché.

Un tel passage d'un état de fonctionnement stationnaire à un autre état de fonctionnement stationnaire est possible dans le cas d'une séparation par cristallisation du produit cible X à partir de la phase liquide contenant celui-ci, telle que décrite en préambule de ce document, par exemple grâce au fait que l'on augmente ou refrène le flux de phase liquide P à amener à l'espace secondaire de l'échangeur de chaleur en fonction d'une demande du marché de produit cible X en augmentation ou en baisse, et l'on adapte simultanément T_K^{ein} de sorte qu'un courant de produit cristallisé augmenté ou diminué selon la modification de la demande du marché peut être sorti en tant que constituant du courant de suspension S.

Si le courant de phase liquide P à amener à l'espace secondaire de l'échangeur de chaleur est augmenté, T_K^{ein} est normalement diminué et si le courant de phase liquide P à amener à l'espace

secondaire de l'échangeur de chaleur est diminué, T_K^{ein} est en règle générale à nouveau augmenté.

Il s'est révélé désavantageux, lors de l'utilisation d'un procédé comme décrit ci-dessus, que la tendance à la formation d'incrustations de cristallisation sur la paroi tournée vers l'espace secondaire de la au moins une cloison séparant respectivement le au moins un espace primaire de l'espace secondaire augmente également avec l'augmentation de T_K^{ein} , comme l'aptitude de l'incrustation à rester collée sur la cloison. Avec la formation de couches de produit cristallisé demeurant collées sur la cloison, il se produit cependant lentement une diminution du transfert de chaleur au travers de la cloison, qui va à l'encontre de l'objectif de séparation par cristallisation du produit cible X. Pour la raison citée ci-dessus, la face tournée vers l'espace secondaire de ce type de cloison fonctionne dans la plupart des cas en étant essuyée. C'est-à-dire que des cristaux du produit cible X continuant à adhérer sur la face concernée de la cloison sont éliminés par essuyage en continu (grattés ou raclés en continu) grâce à un dispositif d'essuyage entraîné dans l'espace secondaire (par exemple similaire aux essuie-glaces d'une automobile), et mis en suspension dans la suspension S. En règle générale, le dispositif d'essuyage provoque simultanément un brassage de la suspension de produit cristallisé S dans l'espace secondaire.

Toutefois, une tendance à l'incrustation par cristallisation, augmentant avec la baisse de T_K^{ein} , se révèle comme étant un inconvénient, également dans le cas de cloisons essuyées, une usure renforcée des dispositifs d'essuyage comparativement coûteux se

produisant à chaque fois. L'intensité d'essuyage à apporter augmente en outre et, dans un cas extrême, le dispositif d'essuyage ne parvient plus à gérer la tâche d'essuyage à remplir, de sorte que des
5 incrustations tenaces peuvent se former dans lesquelles les balais restent éventuellement coincés. Des incrustations par cristallisation de ce type peuvent en outre se détacher éventuellement de manière spontanée sous la forme de morceaux individuels
10 comparativement volumineux lorsqu'ils atteignent une taille définie et entraîner des dégâts consécutifs les plus variés.

Ils peuvent par exemple provoquer un endommagement de la pompe utilisée pour le transport de la suspension de produit cristallisé S sortie de
15 l'espace secondaire (par exemple une pompe centrifuge).

Dans le cas le plus grave, le procédé de cristallisation doit être interrompu et l'incrustation de produit cristallisé formé doit être fondue. Le
20 dispositif d'essuyage peut éventuellement être endommagé dans le cadre d'une formation d'incrustation.

Dans ce contexte, le but de la présente invention est de mettre à disposition un procédé tel que décrit en préambule de ce document, qui présente les conséquences préjudiciables présentées ci-dessus avec une amplitude diminuée au possible.

Par conséquent on fournit un procédé de mise
30 en oeuvre d'une séparation en continu d'un produit cible X sous la forme d'un produit cristallisé finement réparti du produit cible X à partir d'une phase liquide P constituée du produit cible X ainsi que de constituants B_i différents du produit cible X,

dont la fraction molaire totale en constituant B_i présente la valeur M_B^{ges} , à l'aide d'un échangeur de chaleur indirect présentant un espace secondaire et au moins un espace primaire, dans lequel l'espace

5 secondaire et le au moins un espace primaire sont séparés spatialement l'un de l'autre respectivement par au moins une cloison matérielle, qui sert de surface pour le transfert de chaleur de l'espace secondaire au moins un espace primaire, dans lequel un

10 courant de phase liquide P, et un débit massique $\dot{m}_x$ de produit cible X en tant que constituant de celui-ci, est introduit dans l'espace secondaire de l'échangeur de chaleur, tandis que le au moins un espace primaire est parcouru simultanément par au

15 moins un milieu de refroidissement fluide, qui est amené au au moins un espace primaire à la température T_K^{ein} , de sorte que dans l'espace secondaire se forme à partir de la phase liquide P, avec subsistance d'une phase résiduelle liquide R, du produit cristallisé finement réparti du produit cible X, qui est mis en

20 suspension dans la phase résiduelle liquide R subsistante, qui contient, en comparaison avec la phase liquide P, de manière enrichie les constituants différents du produit cible X et dont la teneur en produit cible X est d'au moins 70 %, avec obtention d'une suspension S présentant un degré de produit cristallisation Y, du produit cristallisé finement réparti du produit cible X dans la phase résiduelle

25 liquide R, un courant de la suspension S est retiré en continu de l'espace secondaire de l'échangeur de chaleur, dans des états de fonctionnement I et II différents l'un de l'autre, où, dans l'état de fonctionnement I, le au moins un milieu de

30

refroidissement fluide de température T_K^{ein} (I) est amené au au moins un espace primaire et le courant de phase liquide P ayant un débit massique $\dot{m}_x$ (I), contenu dans ce même courant, de produit cible X est amené à l'espace secondaire, et, dans l'état de fonctionnement II, le au moins un milieu de refroidissement fluide de température T_K^{ein} (II) est amené au au moins un espace primaire et le courant de phase liquide P de débit massique $\dot{m}_x$ (II), contenu dans le même courant, de produit cible X étant amené à l'espace secondaire, sous réserve que $\dot{m}_x$ (II) > $\dot{m}_x$ (I) et T_K^{ein} (II) < T_K^{ein} (I), caractérisé en ce que la fraction molaire totale M_B^{ges} de constituants différents du produit cible X dans la phase liquide P amenée à l'espace secondaire est supérieure dans l'état de fonctionnement I à ce qu'elle est dans l'état de fonctionnement II.

C'est-à-dire que la solution apportée par la présente invention pour combattre la tendance à l'incrustation augmentée sur la face tournée vers l'espace secondaire de la au moins une cloison séparant respectivement le au moins un espace primaire de l'espace secondaire, qui se met lentement en place avec la baisse de T_K^{ein} pour un $\dot{m}_x$ simultanément augmenté dans des conditions de fonctionnement par ailleurs non modifiées, consiste à augmenter de manière ciblée la fraction molaire totale des constituants B_i (c'est-à-dire M_B^{ges}) différents du produit cible X dans la phase liquide P amenée à l'espace secondaire.

Enfin, cette formulation de solution est à ramener au fait que la température d'une phase liquide

P contenant les produits cibles X, pour laquelle la formation du produit cristallisé du produit cible X contenu de manière dissoute à l'intérieur a lieu à partir de cette phase liquide (la possibilité de l'apparition d'événements de sursaturation étant négligée) est d'autant plus basse que M_B^{ges} est grand dans la phase liquide P. Ce phénomène est également désigné dans la littérature comme étant un "abaissement de point de cristallisation" molaire.

Le lien avec la tendance à l'incrustation en augmentation/en baisse grandit vraisemblablement comme suit.

La au moins une cloison entre l'espace secondaire et le au moins un espace primaire présente normalement, dans un échangeur de chaleur indirect, une conductibilité thermique comparativement élevée, de sorte que la température sur la face tournée vers l'espace secondaire d'une telle cloison ne se situe pas très loin de la température que présente le milieu de refroidissement fluide parcourant l'espace primaire. Simultanément, une couche limite constituée du produit cible X et de la phase liquide contenant des constituants B_i différents du produit cible X se trouve normalement sur la face tournée vers l'espace secondaire d'une telle cloison.

S'il se produit une formation de produit cristallisé (une "cristallisation en couche") dans cette couche limite, les cristallites provenant des germes individuels de cristallisation croissent par addition les uns sur les autres jusqu'à ce que la fraction molaire totale des constituants B_i contenus dans l'eau mère demeurant liquide dans la couche limite soit si grande que la température régnant dans

la couche limite ne puisse plus conditionner aucune
décantation de matières solides.

Si la fraction molaire totale, présente dans
la couche limite préalablement à une formation de
5 produit cristallisé, des constituants B_i contenus dans
la couche limite est déjà comparativement plus élevée,
la croissance de produit cristallisé se termine pour
des conditions de température identiques à un moment
où la part en poids de l'eau mère demeurant liquide
10 dans la couche limite est comparativement supérieure
au niveau de la couche limite. Ces parts demeurant
liquides perturbent cependant l'ancrage entre les
différents cristallites ainsi que leur adhérence sur
la face tournée vers l'espace secondaire de la paroi
15 de séparation entre l'espace secondaire et le au moins
un espace primaire. Les deux activités mentionnées ci-
dessus diminuent la formation des incrustations de
produit cristallisé sur la face tournée vers l'espace
secondaire de la surface de séparation mentionnée ci-
20 dessus. (Si la fraction molaire totale, contenue dans
la couche limite préalablement à la formation de
produit cristallisé, de constituants B_i est au
contraire inférieure, la croissance de produit
cristallisé se termine, pour des conditions de
25 température identiques, d'abord à un moment où la part
en poids d'eau mère subsistante liquide est encore
inférieure ; ce qui favorise la tendance à
l'incrustation). En d'autres termes, une fraction
molaire totale augmentée en constituants B_i différents
30 du produit cible X, contenue dans la phase liquide P,
garantit encore aussi, pour un T_k^{ein} comparativement
bas, garantit la permanence d'une proportion traçable
d'eau mère liquide dans la couche limite, et diminue
ainsi la tendance à l'incrustation identifiée.

De manière surprenante et selon la présente invention, il est ici essentiel qu'une augmentation de M_B^{ges} dans la phase liquide P conditionne une baisse supplémentaire de la température à laquelle une formation de produit cristallisé est utilisée dans la phase liquide P, et que la tendance à l'incrustation pour cette température de formation de produit cristallisé basse soit cependant moins exprimée que pour la température de formation de produit cristallisé plus faible appartenant à M_B^{ges} . Entre autres, ce comportement est vraisemblablement à rapporter au fait que, dans le cas de M_B^{ges} augmentée dans la phase liquide P, la formation de produit cristallisé est associée à la formation d'un nombre augmenté de germes de produit cristallisé.

La différence entre $\dot{m}_x$ (I) et $\dot{m}_x$ (II) peut, par rapport à la moyenne arithmétique des deux débits massiques, être pour le procédé selon la présente invention d'au moins 5 %, ou d'au moins 10 %, ou d'au moins 15 %, ou d'au moins 20 %, ou d'au moins 30 %, ou d'au moins 40 %, ou d'au moins 50 %, ou d'au moins 60 %, ou d'au moins 70 %, ou d'au moins 80 %, ou d'au moins 90 %, ou d'au moins 100 % ou plus. En règle générale, la différence rapportée de la même manière n'est cependant pas supérieure à 190 %, la plupart du temps pas supérieure à 180 % et fréquemment pas supérieure à 170 %.

La différence entre T_K^{ein} (II) et T_K^{ein} (I) est normalement conçue de sorte que pour des intensités de courant constantes du courant d'agent de refroidissement s'écoulant au travers du au moins un espace primaire, le degré de cristallisation Y (II) de la suspension de produit cristallisé S prélevée dans

l'état de fonctionnement II à partir de l'espace
secondaire et le degré de produit cristallisé Y (I) de
la suspension de produit cristallisé S prélevée dans
l'état de fonctionnement I à partir de l'espace
5 secondaire se différencie l'un de l'autre, par rapport
à la moyenne arithmétique de Y (I) et de Y (II), de
pas plus de 20 %, de manière avantageuse de pas plus
de 10 %, de préférence de pas plus de 5 %, de manière
particulièrement préférée de pas plus de 3 % et de
10 manière particulièrement préférée de pas plus de 1 %.

Dans beaucoup de cas, la différence entre
 T_K^{ein} (II) et T_K^{ein} (I) va jusqu'à 30 K ou plus. La
différence entre T_K^{ein} (II) et T_K^{ein} (I) ne va également
fréquemment que jusqu'à 25 K, ou que jusqu'à 20 K, ou
15 que jusqu'à 15 K, ou que jusqu'à 10 K, ou que jusqu'à
5 K. Mais le procédé selon la présente invention
convient naturellement aussi, quand la différence
entre T_K^{ein} (II) et T_K^{ein} (I) n'est que de seulement 0,1
à 5 K, ou seulement de 0,2 à 4 K, ou seulement de 0,3
20 à 3 K, ou seulement de 0,4 ou bien de 0,5 à 2 K, ou de
0,7 à 2 K, ou de 0,9 ou 1 à 2 K. La différence entre
 T_K^{ein} (II) et T_K^{ein} (I) est souvent d'au moins 0,1 K ou
d'au moins 0,2 K, ou d'au moins 0,3 K.

Pour l'augmentation de la fraction molaire
25 totale M_B^{ges} jusqu'à la valeur souhaitée dans l'état de
fonctionnement II, la phase liquide P contenant le
produit cible X peut théoriquement être ajoutée à
chacun des constituants (types de constituant) B_i
contenus dedans d'une manière conditionnée par la
30 préparation. Mais de tels constituants, qui n'étaient
pas contenus d'une manière conditionnée par la
préparation dans la phase liquide P, peuvent aussi
être ajoutés théoriquement pour l'augmentation de la
fraction molaire totale M_B^{ges} jusqu'à la valeur

souhaitée dans l'état de fonctionnement II. Mais deux des types mentionnés ci-dessus de constituants différents du produit cible X peuvent aussi naturellement être ajoutés pour l'augmentation de M_B^{ges} dans la phase liquide P.

De manière avantageuse selon la présente invention, le nombre molaire total, contenu dans l'état de fonctionnement II dans la phase liquide P amenée à l'espace secondaire (la phase liquide P (II)), de constituants B_i , différents du produit cible X, contenus dans la phase liquide P (II) dont le poids moléculaire est inférieur au triple (de préférence inférieur au double) du poids moléculaire du produit cible X (de préférence inférieur au poids moléculaire du produit cible X), est supérieur au nombre molaire total, contenu dans l'état de fonctionnement I dans la phase liquide P (la phase liquide P (I)) amenée à l'espace secondaire, de constituants B_i , différents du produit cible X, contenus dans la phase liquide P (I), dont le poids moléculaire est inférieur au triple (de préférence inférieur au double) du poids moléculaire du produit cible X (de préférence inférieur au poids moléculaire du produit cible X). Le nombre molaire total est ici la somme de tous les nombres molaires N_i des constituants B_i contenus respectivement dans la phase liquide P, à condition que le poids moléculaire des constituants B_i pris en considération pour le calcul de la somme soit inférieur au triple du (ou bien au double du, ou bien au) poids moléculaire du produit cible X.

C'est-à-dire que de manière avantageuse selon la présente invention, de tels constituants B_i , dont le poids moléculaire est inférieur au double du poids moléculaire du produit cible X et de préférence

inférieur au poids moléculaire du produit cible X (conditions 1) sont co-utilisés (ou bien exclusivement utilisés) pour l'augmentation de la fraction molaire totale M_B^{ges} jusqu'à sa valeur dans l'état de fonctionnement II (désigné également en tant que M_B^{ges} (II) dans ce document), à partir de sa valeur dans l'état de fonctionnement I (également désigné en tant que M_B^{ges} (I) dans ce document. Normalement, aussi bien le produit cible X que les constituants B_i , différents du produit cible X, de la phase liquide P sont contenus à l'état dissous dans la phase liquide P.

De manière préférée selon la présente invention, des constituants B_i , dont le coefficient d'appauvrissement B^{Bi} , dans le cadre de la séparation par cristallisation en continu (selon la présente invention) du produit cible X, est au moins ≥ 5 , de manière particulièrement préférée ≥ 10 et de manière plus préférée ≥ 15 (conditions 2) sont en outre co-utilisés (ou bien exclusivement utilisés) pour l'augmentation de la fraction molaire totale M_B^{ges} jusqu'à sa valeur dans l'état de fonctionnement II (à partir de sa valeur dans l'état de fonctionnement I). Par coefficient d'appauvrissement A^{Bi} , on comprend ici le rapport de concentration de la concentration, subsistante dans l'eau mère, du constituant B_i sur la concentration, subsistante dans le produit cristallisé, du constituant B_i (exprimée respectivement en tant que pourcent en poids par rapport à la quantité totale d'eau mère (ou bien de phase résiduelle liquide R) subsistante ou bien la quantité totale de produit cristallisé formée). Une séparation de produit cristallisé/d'eau mère jusqu'à plus de 90 % en poids, de préférence jusqu'à plus de

95 % en poids, ou de 97, ou de 98, ou de 99 % en poids de la quantité totale d'eau mère est en règle générale suffisante pour la détermination de A^{Bi} (l'influence de l'humidité résiduelle sur le produit cristallisé est en règle générale négligeable). Les valeurs mentionnées ci-dessus pour A^{Bi} se rapportent de préférence à la combinaison, utilisée dans le cadre de la préparation du produit cible X, d'une cristallisation de suspension et d'une séparation consécutive du produit cristallisé de suspension formé à partir de la suspension S.

De manière particulièrement préférée selon la présente invention, des constituants B_i qui satisfont aussi bien à une condition 1 qu'à une condition 2 sont co-utilisés (ou bien exclusivement utilisés) pour l'augmentation de la fraction molaire totale M_B^{ges} jusqu'à sa valeur dans l'état de fonctionnement II (à partir de sa valeur dans l'état de fonctionnement I).

De manière tout particulièrement préférée selon la présente invention, des constituants B_i qui satisfont aussi bien à une condition 1 préférée qu'à une condition 2 préférée sont co-utilisés (ou bien exclusivement utilisés) pour l'augmentation de la fraction molaire totale M_B^{ges} jusqu'à sa valeur dans l'état de fonctionnement II (à partir de sa valeur dans l'état de fonctionnement I).

Il y a un avantage particulier à ce que des constituants B_i mentionnés ci-dessus soient ceux dont la préparation est conditionnée par leur type dans la phase liquide P ainsi que ceux qui y sont contenus.

En règle générale, l'augmentation de M_B^{ges} jusqu'à sa valeur pour l'état de fonctionnement II n'a lieu que dans la mesure où cela est exigé par la

technique d'utilisation pour des raisons de diminution de l'incrustation, car une dépense de séparation augmentée est associée à l'augmentation de M_B^{ges} dans la phase liquide P amenée à l'espace secondaire lors de la séparation du produit cible X à partir de la phase liquide P.

En règle générale, l'augmentation de M_B^{ges} (I) jusqu'à M_B^{ges} (II) lors du procédé selon la présente invention a lieu au moins dans un ordre de grandeur où la température d'utilisation de la formation de produit cristallisé de la phase liquide P (II) est d'au moins 0,1 K, souvent d'au moins 0,2 K et fréquemment d'au moins 0,3 K en dessous de la température d'utilisation de formation de produit cristallisé de la phase liquide P (I). Par température d'utilisation de formation de produit cristallisé d'une phase liquide P, on comprend ici la température qui est présente dans la phase liquide P au moment où l'on amène de la chaleur, avec brassage constant (dans le cas idéal), à cette suspension de produit cristallisé S, à partir d'une suspension de produit cristallisé S produite avec la phase liquide P grâce à un refroidissement de celle-ci, pour fondre les cristaux contenus dans la suspension de produit cristallisé S, et où le dernier produit cristallisé est déjà fondu. Elle est également partiellement désignée dans la littérature comme étant la température de dissolution.

Dans le procédé selon la présente invention, l'augmentation de M_B^{ges} (I) jusqu'à M_B^{ges} (II) a fréquemment lieu dans un ordre de grandeur où la température d'utilisation de la formation de produit cristallisé de la phase liquide P (II) va jusqu'à 30 K (ou jusqu'à 20 K, ou jusqu'à 15 K, ou jusqu'à 10 K, ou

jusqu'à 5 K, ou jusqu'à 4 K, ou jusqu'à 3 K, ou jusqu'à 2 K, ou jusqu'à 1 K, ou jusqu'à 0,5 K) en dessous de la température d'utilisation de formation de produit cristallisé de la phase liquide P (I).

5 D'une manière appropriée pour la technique d'utilisation, l'augmentation de M_B^{ges} (I) jusqu'à M_B^{ges} (II) peut être entreprise dans la phase liquide P de manière simple, de sorte que l'on ajoute (incorpore) les constituants B_i supplémentaires envisagés à une
10 phase liquide P produite de manière séparée préalablement à son arrivée dans l'espace secondaire de l'échangeur de chaleur indirect dans l'ordre de grandeur souhaité. Une telle procédure est avantageuse entre autres dans la mesure où l'on omet (ou bien
15 diminue, quand le nouvel état de fonctionnement (I) est un autre état que l'état de fonctionnement (II) originelle) les quantités supplémentaires de constituants B_i supplémentaires à nouveau de manière simple lors du passage d'un état de fonctionnement
20 (II) à un état de fonctionnement (I). Lors du passage d'un état de fonctionnement I à un état de fonctionnement II, on procède de préférence de manière à maintenir initialement toutes les conditions d'encadrement de l'état de fonctionnement I, de sorte
25 que l'on augmente seulement M_B^{ges} dans un ordre de grandeur souhaité. On abaissera ensuite T_K^{ein} pour maintenir essentiellement Y, comme la température de cristallisation décline dans le mélange de substances se trouvant dans l'espace secondaire. A la suite de
30 cela, $\dot{m}_x$ est augmenté de $\dot{m}_x$ (I) à $\dot{m}_x$ (II) (grâce à l'augmentation correspondante de l'intensité de courant de la phase liquide P amenée à l'espace secondaire) et en abaissant continuellement de manière

associée T_K^{ein} à des fins de maintien étendu de Y. Lors du passage d'un état de fonctionnement II à un état de fonctionnement I, on peut procéder de manière essentiellement inverse.

5 C'est-à-dire que l'on va abaisser initialement $\dot{m}_x$ (II) de nouveau jusqu'à $\dot{m}_x$ (I) et ainsi augmenter à nouveau de manière associée T_K^{ein} , pour maintenir essentiellement Y. A la suite de cela, on abaisse M_B^{ges} (II) jusqu'à M_B^{ges} (I) et à la suite de
10 cela, on augmente T_K^{ein} dans un ordre de grandeur dans lequel la température de cristallisation augmente dans le mélange de substances se trouvant dans l'espace secondaire, jusqu'à ce que l'état de fonctionnement (I) souhaité soit atteint.

15 C'est-à-dire que lors du passage d'un état de fonctionnement I à un état de fonctionnement II, l'augmentation de M_B^{ges} (I) jusqu'à M_B^{ges} (II) a lieu de manière avantageuse préalablement à l'augmentation de $\dot{m}_x$ (I) jusqu'à $\dot{m}_x$ (II). L'abaissement de $\dot{m}_x$ (II)
20 jusqu'à $\dot{m}_x$ (I) lors du passage d'un état de fonctionnement II à un état de fonctionnement I a par contre lieu préalablement à l'abaissement de M_B^{ges} (II) jusqu'à M_B^{ges} (I).

Lors du passage d'un état de fonctionnement
25 II à un état de fonctionnement I, un abaissement de M_B^{ges} (II) jusqu'à M_B^{ges} (I) est également avantageux dans la mesure où, pour M_B^{ges} (II) plus faible, le produit cristallisé, séparé selon la présente invention, du produit cible X présente une composition
30 granulométrique plus grossière, ce qui facilite normalement la séparation consécutive du produit cristallisé et de la phase résiduelle liquide R subsistante. Une valeur plus faible de M_B^{ges} se révèle

également avantageuse dans le cas d'une séparation du produit cristallisé et de la phase résiduelle liquide R subsistante à l'aide d'une colonne de lavage à fusion pure comportant un transport forcé de produit cristallisé grâce au fait qu'elle abaisse la différence de température entre la phase liquide R et la fusion pure (fusion du produit cristallisé préalablement séparé du produit cible X), ce qui limite la recristallisation du produit cible X à partir de la fusion pure utilisée pour le lavage du lit de produit cristallisé, et garantit ainsi une perméabilité mesurée du lit de produit cristallisé pour la phase liquide ("fusion de lavage").

Une valeur faible de M_B^{ges} est également avantageuse si l'on considère que la phase résiduelle liquide R, séparée du produit cristallisé, contenant encore du produit cible X, est normalement recyclée dans un procédé diffus co-utilisé plusieurs fois dans le cadre de la préparation de la phase liquide P afin d'éviter des pertes de produit cible X (cf. par exemple la figure 5 du document WO 01/77 056). Si la phase résiduelle liquide R ainsi recyclée contient une part plus faible de constituants différents du produit cible X, cela diminue la dépense de séparation dans l'étape de séparation diffuse.

Naturellement, la modification de M_B^{ges} dans la phase liquide P peut aussi être mise en oeuvre de manière intégrée directement dans le cadre du procédé de préparation de la phase liquide P. Cela peut par exemple avoir lieu en variant de manière appropriée le nombre des étapes de séparation théorique au cours de l'obtention de la phase liquide P. Cela peut par exemple avoir lieu de manière simple grâce à une

variation du rapport de reflux dans une colonne séparatrice.

L'état de fonctionnement II ou l'état de fonctionnement I peut théoriquement être l'état de
5 fonctionnement situé temporellement avant, dans le procédé selon la présente invention.

Le procédé selon la présente invention est donc approprié quand la teneur de la phase résiduelle liquide R (eau mère), contenue dans la suspension S
10 extraite de l'espace secondaire, en produit cible X est $\geq 70 \%$ en poids dans les deux états de fonctionnement I, II. Mais il est aussi approprié quand la teneur précitée en produit cible X dans la phase résiduelle liquide R dans les deux états de
15 fonctionnement I, II est $\geq 75 \%$ en poids, ou $\geq 80 \%$ en poids, ou $\geq 85 \%$ en poids, ou $\geq 87 \%$ en poids, ou $\geq 90 \%$ en poids, ou $\geq 92 \%$ en poids, ou $\geq 94 \%$ en poids, ou $\geq 95 \%$ en poids, ou $\geq 96 \%$ en poids, ou $\geq 98 \%$ en poids, ou $\geq 99 \%$ en poids. En règle
20 générale, la teneur précitée en produit cible X dans les deux états de fonctionnement I, II est cependant $\leq 99,95 \%$ en poids, la plupart du temps $\leq 99,9 \%$ en poids.

C'est-à-dire que le procédé selon la
25 présente invention convient dans le cas de phases liquides P, dont la teneur en produit cible X dans les deux états de fonctionnement I, II est $\geq 70 \%$ en poids, ou $\geq 75 \%$ en poids, ou $\geq 80 \%$ en poids, ou $\geq 85 \%$ en poids, $\geq 87 \%$ en poids, ou $\geq 90 \%$ en poids,
30 ou $\geq 92 \%$ en poids, ou $\geq 94 \%$ en poids, ou $\geq 95 \%$ en poids, ou $\geq 96 \%$ en poids, ou $\geq 98 \%$ en poids, ou

≥ 99 % en poids. En règle générale, la teneur précitée de la phase liquide P, amenée dans le procédé selon la présente invention à l'espace secondaire de l'échangeur de chaleur, en produit cible X dans les deux états de fonctionnement I, II est cependant
5 ≤ 99,995 % en poids, la plupart du temps ≤ 99,99 % en poids.

La température à laquelle, dans le procédé selon la présente invention, le au moins un milieu de refroidissement fluide est amené au au moins un espace
10 primaire de l'échangeur de chaleur (T_K^{ein}), se situe de manière utile en dessous de la température à laquelle la phase liquide P est amenée simultanément à l'espace secondaire de l'échangeur de chaleur. T_K^{ein} se situe en
15 outre de manière utile en dessous de la température d'utilisation de cristallisation.

En tant que produit cible X, on prend en considération, pour la cristallisation en suspension réalisée selon la présente invention en tant que
20 cristallisation par refroidissement, par exemple des acides carboxyliques saturés ou insaturés comme l'acide acétique, l'acide propionique, l'acide acrylique et l'acide méthacrylique, ou des substances aromatiques substitués (par exemple par des halogènes,
25 des groupes méthyle, carboxyle, hydroxyle et/ou azote (par exemple $-NH_2$) en tant que substituants) comme du p-xylène, du crésol et du chlorobenzène, ou des composés aromatiques à plusieurs noyaux comme de la naphthaline et du bisphénol A, ou des isocyanates comme
30 du TDI et du MDI, ou des composés vinyliques comme de la N-vinylpyrrolidone, ou des oligomères de formaldéhyde comme du trioxane ou des sels minéraux

comme des sels de sodium ou de potassium (par exemple les sulfates, chlorures, bromures et iodures).

Le procédé selon la présente invention convient en particulier dans le cas d'acide acrylique, d'acide méthacrylique, de p-xylène ou de N-vinylpyrrolidone en tant que produit cible X, car une proportion notable des sous-produits apparaissant dans le cadre de leur préparation présente un poids moléculaire plus faible que le produit cible X respectif.

Si l'acide acrylique est le produit cible X, alors l'eau, l'acide diacrylique (adduit de Michael), l'acide méthacrylique, l'acide benzoïque, l'acide formique, l'acide acétique et l'acide propionique forment des constituants B_i appropriés selon la présente invention, qui peuvent être ajoutés de manière ciblée à la phase liquide P contenant le produit cible X (dans ce cas l'acide acrylique), pour augmenter leur M_B^{ges} .

Dans le cas de l'acide acrylique en tant que produit cible X, on utilise de manière particulièrement avantageuse selon la présente invention pour la variation de M_B^{ges} dans la phase liquide P, ce que l'on appelle de l'eau corrosive (souvent désignée également en tant que "eau acide") (au besoin ajoutée à la phase liquide P), telle qu'elle apparaît normalement dans le cadre d'une séparation d'acide acrylique à partir du mélange de gaz de production d'une oxygénation en phase gazeuse partielle catalysée de manière hétérogène d'un composé précurseur C_3 d'acide acrylique (par exemple du propane, du propylène, de l'acroléine, de l'acide propionique, du propanol, de la glycérine et/ou du propionaldéhyde) (cf. par exemple les documents

WO 2004/035 514, la demande allemande
N° 10 2007 004 960.0, DE-A 10 243 625 et
DE-A 10 323 758). En règle générale, l'eau corrosive
5 contient au moins 60 % en poids (fréquemment au moins
70 % en poids, la plupart du temps au moins 75 % en
poids, souvent au moins 80 % en poids) d'eau et au
moins 3 % en poids (fréquemment au moins 5 % en poids,
plus souvent au moins 7 % en poids, plus souvent au
10 moins 9 % en poids ou au moins 11 % en poids) d'acide
acrylique.

L'eau acide contient en outre, en de faibles
quantités, d'autres acides carboxyliques secondaires
apparaissant dans le cadre de l'oxydation partielle en
phase gazeuse catalysée de manière hétérogène du
15 composé précurseur C₃ pour obtenir de l'acide
acrylique, comme l'acide acétique, l'acide propionique
et l'acide formique. Une utilisation d'eau corrosive
pour une régulation selon la présente invention de
M_B^{ges} dans la phase liquide P se révèle donc
20 particulièrement avantageuse quand on utilise un
câblage tel que sur la figure 5 du document
WO 01/77 056 dans le cadre de la préparation d'acide
acrylique (la demande allemande N° 10 2007 004 960.0
décrit aussi un câblage approprié). Grâce à
25 l'utilisation d'eau corrosive ("eau contenant de
l'acide acrylique issue du procédé de préparation de
l'acide acrylique" (ou bien solution aqueuse) ; ce
type d'eau corrosive peut toujours être prélevée sur
un procédé de préparation d'acide acrylique,
30 comprenant une oxydation partielle en phase gazeuse
catalysée de manière hétérogène d'un composé
précurseur C₃ de l'acide acrylique et une séparation
consécutive d'acide acrylique à partir du mélange de
gaz de production de l'oxydation en phase gazeuse, car

l'eau est un sous-produit inévitable de l'oxydation partielle en phase gazeuse catalysée de manière hétérogène ; la teneur en eau de ce type de solution aqueuse peut être d'au moins 60 % en poids, ou d'au
5 moins 70 % en poids, ou d'au moins 75 % en poids, ou d'au moins 80 % en poids), on parvient à une minimisation des pertes d'acide acrylique totales survenant dans le procédé de préparation d'acide acrylique. L'eau corrosive peut aussi avoir été déjà
10 co-utilisée pour l'ajustement de M_B^{ges} dans la phase liquide P amenée dans l'état de fonctionnement I à l'espace secondaire.

Si de l'acide méthacrylique est le produit cible X, alors l'eau, l'acide acrylique et l'acide
15 acétique forment par exemple des constituants B_i appropriés selon la présente invention, qui peuvent être ajoutés de manière ciblée à la phase liquide P contenant le produit cible X (dans ce cas l'acide méthacrylique), pour augmenter son M_B^{ges} .

20 Si du p-xylène est le produit cible X, alors l'eau ainsi que le n-xylène et l'o-xylène forment par exemple des constituants B_i appropriés selon la présente invention, qui peuvent être ajoutés de manière ciblée à la phase liquide P contenant le
25 produit cible X (dans ce cas le p-xylène), pour augmenter son M_B^{ges} .

Si de la N-vinylpyrrolidone (et aussi de la 1-vinyl-2-pyrrolidone) est le produit cible X, alors l'eau et la 2-pyrrolidone forment par exemple des
30 constituants B_i appropriés selon la présente invention, qui peuvent être ajoutés de manière ciblée à la phase liquide P contenant le produit cible X (dans ce cas la N-vinylpyrrolidone), pour augmenter son M_B^{ges} .

Le procédé selon la présente invention est tout particulièrement approprié dans le cas d'acide acrylique en tant que produit cible X et d'un acide acrylique brut en tant que phase liquide P, qui

5 présente dans les deux états de fonctionnement I, II par exemple des compositions de teneurs suivantes :

	> 70 % en poids	acide acrylique
	jusqu'à 15 % en poids	acide acétique
	jusqu'à 5 % en poids	acide propionique
10	jusqu'à 5 % en poids	aldéhydes à bas poids moléculaire,
	jusqu'à 3 % en poids	inhibiteurs de polymérisation,
	0 à 5 % en poids	acide diacrylique (adduit de Michael), et
15	jusqu'à 25 % en poids	eau ;
	ou	
	≥ 80 % en poids	acide acrylique
20	≥ 100 ppm en poids	acide acétique
	jusqu'à ≤ 15 % en poids	
	≥ 10 ppm en poids	acide propionique
	jusqu'à ≤ 5 % en poids	
	jusqu'à 5 % en poids	aldéhydes à bas poids moléculaire,
25	jusqu'à 3 % en poids	inhibiteurs de polymérisation, et
	0 à 5 % en poids	acide diacrylique (adduit de Michael),
30		et
	jusqu'à 15 % en poids	eau ;
	ou	

	≥ 85 % en poids	acide acrylique
	≥ 100 ppm en poids	acide acétique
	jusqu'à ≤ 10 % en poids	
	≥ 10 ppm en poids	acide propionique
5	jusqu'à ≤ 5 % en poids	
	jusqu'à 5 % en poids	aldéhydes à bas poids moléculaire,
	jusqu'à 3 % en poids	inhibiteurs de polymérisation,
10	0 à 5 % en poids	acide diacrylique (adduit de Michael),
	et	
	jusqu'à 10 % en poids	eau ;
15	ou	
	≥ 90 % en poids	acide acrylique
	≥ 100 ppm en poids	acide acétique
	jusqu'à ≤ 5 % en poids	
	≥ 10 ppm en poids	acide propionique
20	jusqu'à ≤ 2 % en poids	
	jusqu'à 2 % en poids	aldéhydes à bas poids moléculaire,
	jusqu'à 2 % en poids	inhibiteurs de polymérisation,
25	0 à 3 % en poids	acide diacrylique (adduit de Michael), et
	jusqu'à 9 % en poids	eau ;
	ou	
30	≥ 95 % en poids	acide acrylique
	≥ 100 ppm en poids jusqu'à ≤ 3 % en poids	acide acétique

	≥ 10 ppm en poids jusqu'à	≤ 2 % en poids
		acide
		propionique
5	jusqu'à 2 % en poids	aldéhydes à bas
		poids moléculaire,
	jusqu'à 2 % en poids	inhibiteurs de
		polymérisation, et
	0 à 2 % en poids	acide diacrylique
10		(adduit de
		Michael),
	et	
	jusqu'à 4,9 % en poids	eau ;
	ou	
	93 à 98 % en poids	acide acrylique
15	1 à 5 % en poids	eau
	0,001 à 3 % en poids	acroléine
	≥ 0 à 3 % en poids	méthacroléine
	≥ 0 à 3 % en poids	acide
		méthacrylique
20	0,1 à 3 % en poids	acide acétique
	0,01 à 3 % en poids	acide propionique
	0,001 à 3 % en poids	formaldéhyde
	0,001 à 3 % en poids	aldéhydes
		différents du
25		formaldéhyde,
	0,01 à 3 % en poids	acide maléique, et
	≥ 0 à 3 % en poids	protoanémone
	Des acides acryliques bruts peuvent être	
	obtenus par exemple par les procédés connus de la	
30	technique antérieure (cf. par exemple les documents	
	WO 01/77 056, DE-A 10 332 758, DE-A 10 243 625, la	
	demande allemande portant la référence	
	10 2006 057 631.4, la demande allemande portant la	

référence 10 2006 062 258.8, la demande allemande portant la référence 10 2007 004 960.0, WO 2004/035 514, la demande allemande portant la référence 10 2006 049 939.5, DE-A 10 2005 029 629, 5 WO 03/041 832 et DE-A 10 2005 015 639 ainsi que la technique antérieure citée dans ce document).

Il s'agit ici en règle générale d'acides acryliques bruts qui sont obtenus à partir du mélange de gaz de production d'une oxydation partielle 10 catalysée de manière hétérogène d'au moins un composé précurseur C₃ de l'acide acrylique (par exemple du propane, du propylène, de la glycérine, de l'acroléine, de l'acide propionique, du propanol et/ou du propionaldéhyde).

15 Pour le procédé selon la présente invention de production de la phase liquide P dans les deux états de fonctionnement I, II, on prend ici en considération en particulier un acide acrylique brut qui a été produit à partir du mélange de gaz de 20 production d'une oxydation partielle en phase gazeuse catalysée de manière hétérogène d'au moins un composé précurseur C₃ avec utilisation d'au moins un procédé de séparation diffus. Ceci en particulier quand l'on sépare consécutivement de la phase résiduelle liquide 25 R le produit cristallisé d'acide acrylique contenu de manière suspendue dans la phase résiduelle liquide R dans la suspension S apparaissant lors de l'application du procédé selon la présente invention à une telle phase liquide P, et quand l'on recycle la 30 phase résiduelle R subsistante au moins partiellement dans au moins un des procédés de séparation diffus utilisés pour la préparation de l'acide acrylique brut à partir du mélange de gaz de production de l'oxydation partielle en phase gazeuse.

Comme déjà mentionné, l'eau corrosive est dans ces cas-là l'additif préféré pour l'ajustement selon la présente invention de M_B^{ges} dans la phase liquide P.

5 La structure de base d'une telle utilisation combinée d'un procédé de séparation diffus et du procédé de séparation fin de la cristallisation nous est enseignée par exemple par les documents DE-A 19 606 877, EP-A 792 867 ainsi que
10 EP-A 1 484 308, EP-A 1 116 709 et en particulier EP-A 1 015 410.

 Dans le cas normal, le procédé de séparation diffus utilisé pour la coproduction de la phase liquide P à manipuler selon la présente invention à
15 partir du mélange de gaz de production d'une oxydation partielle en phase gazeuse catalysée de manière hétérogène d'au moins un composé précurseur C_3 de l'acide acrylique est une distillation, une rectification, une absorption, une adsorption, une
20 extraction, une désorption, un stripage, une destruction, une condensation (partielle), une condensation fractionnante, un procédé de séparation par membrane comme une pervaporation/une perméation de vapeur ou une combinaison de tels procédés.

25 Dans le cas le plus simple, l'acide acrylique brut à utiliser pour l'obtention de la phase liquide P peut être le produit absorbé et/ou le produit condensé partiel et/ou obtenu de manière fractionnante d'une séparation par absorption et/ou
30 par condensation de l'acide acrylique à partir du mélange de gaz de production d'une oxydation partielle en phase gazeuse catalysée de manière hétérogène d'au moins un précurseur C_3 présenté dans ce document. Un recyclage de la phase résiduelle liquide R (eau mère)

séparée de la suspension S a lieu de manière appropriée dans l'absorption et/ou la condensation (cf. par exemple le document EP-A 1 818 324).

De manière appropriée, une combinaison, à
5 utiliser de la manière décrite, d'une séparation diffuse et fine (par cristallisation) de l'acide acrylique à partir du mélange de gaz de production de l'oxydation partielle en phase gazeuse présente au moins une sortie pour des composants secondaires,
10 différents de l'acide acrylique, ayant un point d'ébullition sous pression normale (1 bar) supérieur à l'acide acrylique. Celui-ci se situe de manière avantageuse du point de vue de la technique d'utilisation du côté du procédé de séparation diffus.
15 En règle générale, on utilisera pour cette sortie le liquide de pied d'une colonne séparatrice, à partir de laquelle la phase liquide P (l'acide acrylique brut à utiliser tel quel) en elle-même est prélevée, ou le courant de substance à transformer en la phase liquide
20 par la suite, par exemple par l'intermédiaire de soutirages latéraux et/ou par l'intermédiaire d'un soutirage de tête. Naturellement une telle sortie peut aussi se trouver du côté de la séparation par cristallisation selon la présente invention. Dans ce
25 cas, la sortie peut être constituée de la phase résiduelle liquide R (eau mère). Une sortie pour des composants secondaires ayant un point d'ébullition à pression normale inférieure à l'acide acrylique se trouve de manière supplémentaire habituellement du
30 côté du procédé de séparation diffus.

De manière avantageuse, l'acide acrylique contenu en tant que produit cible X dans la phase liquide P se rapporte à un mélange de gaz de production par oxydation partielle, qui contient :

- 1 à 30 % en volume d'acide acrylique,
≥ 0 ou 0,005 à 10 % en volume de propylène,
≥ 0 ou 0,001 à 2 % en volume d'acroléine,
≥ 0 ou 0,001 à 2 % en volume de ,
5 méthacroléine,
≥ 0 ou 0,001 à 2 % en volume d'acide
méthacrylique,
≥ 0 ou 0,005 à 10 % en volume d'oxygène
moléculaire,
10 ≥ 0 ou 0,005 à 3 % en volume d'acide
acétique,
≥ 0 ou 0,001 à 2 % en volume d'acide
propionique,
≥ 0 ou 0,001 à 2 % en volume de
15 formaldéhyde,
≥ 0 ou 0,001 à 2 % en volume d'autres
aldéhydes, et
10 à 98 ou 50 à 98 % en volume de gaz de
dilution (inertes).
20 Les gaz de dilution peuvent contenir par
exemple :
≥ 0 ou 0,005 à 90 % en volume
d'hydrocarbures en C₁ à C₆ saturé (en particulier du
propane, du méthane et/ou de l'éthane),
25 ≥ 0 ou 0,005 à 30 % en volume de vapeur
d'eau,
≥ 0 ou 0,005 à 15 % en volume d'oxydes de
carbone (CO et/ou CO₂), et
≥ 0 ou 1 à 90 % en volume d'azote
30 moléculaire.

Le mélange de gaz de production d'oxydation partielle peut en outre provenir en particulier d'une oxydation partielle, telle qu'elle est décrite à partir du propylène et/ou du propane dans les documents EP-A 1 818 324, DE-A 10 2004 032 129 et leurs droits de protection équivalents à l'étranger, DE-A 10 245 585, WO 03/076 370, WO 01/96 271, EP-A 117 146, WO 03/011 804, US-A 3 161 670, DE-A 3 313 573, DE-A 10 316 039 et WO 01/96 270, et qui présente en tant que source de propylène éventuellement une déshydrogénation de propane et/ou une hydrogénation d'oxyde de propane (éventuellement catalysé de manière hétérogène) en tant qu'étape réactionnelle mise en série.

De manière avantageuse, on produit l'acide acrylique brut souhaité pour l'obtention de la phase liquide P à traiter selon la présente invention, à partir des mélanges précités de gaz de production de l'oxydation partielle de précurseur d'acide acrylique C₃, en condensant l'acide acrylique à partir du mélange de gaz de production de l'oxydation partielle. Le produit condensé qui apparaît en tant que tel ou après addition supplémentaire de constituants B_i pour l'ajustement du M_B^{ges} souhaité forme de manière avantageuse la phase liquide P à traiter selon la présente invention dans un des deux états de fonctionnement I, II. La condensation de l'acide acrylique à partir du mélange de gaz de production (éventuellement préalablement refroidi) a lieu de manière avantageuse sous la forme d'une condensation fractionnante (superposée éventuellement de manière supplémentaire à une absorption avec de l'eau et/ou une solution aqueuse, pour diminuer les pertes en acide acrylique ; cf. par exemple le document

EP-A 1 818 324), comme cela est décrit en détail par exemple dans le document EP-A 1 015 410, WO 2004/035 514, DE-A 10 243 625, EP-A 1 015 411, DE-A 10 235 847, la demande allemande
5 N° 10 2007 004 960.0, EP-A 1 159 249, EP-A 1 163 201, EP-A 1 066 239 et EP-A 920 408.

Le mélange de gaz de production est ici condensé de manière fractionnante et ascendante appropriée, éventuellement après un refroidissement
10 direct et/ou indirect préalable (par exemple avec un liquide de refroidissement brusque conformément au document EP-A 1 066 239, ou conformément au document EP-A 1 163 201) dans une colonne séparatrice présentant des garnissages à action séparatrice avec
15 soutirage latéral d'un acide acrylique brut (qui peut former en tant que tel la phase liquide P à traiter selon la présente invention ; l'acide acrylique brut est éventuellement encore traité par rectification et/ou distillation pour produire la phase liquide P ou
20 mélangé avec des constituants B_i).

A partir d'une telle phase liquide P produite par condensation (et éventuellement de manière supplémentaire par rectification ainsi qu'éventuellement après des additions de constituants
25 B_i (de préférence de l'eau corrosive)), un produit cristallisé d'acide acrylique finement réparti selon la présente invention peut être séparé. A partir de l'eau mère (phase résiduelle R) séparée consécutivement à partir de la suspension S obtenue
30 ici, on recycle au moins partiellement, de préférence complètement, dans la condensation de l'acide acrylique issu du mélange de gaz de production, conformément au modèle par exemple du document EP-A 920 408 ou WO 2004/035 514. On installe la sortie

de substances à point d'ébullition élevé en dessous du soutirage latéral de l'acide acrylique brut.

Une telle phase liquide P à traiter selon la présente invention, produite par condensation partielle ou totale et/ou absorption superposée avec
5 de l'eau ou une solution aqueuse (qui contient en règle générale $\geq 90\%$, fréquemment $\geq 95\%$ d'eau ; cf. EP-A 1 818 324) ainsi éventuellement qu'un retraitement par rectification et éventuellement une
10 addition de constituants B_i (par exemple eau corrosive) ; peut contenir :

- ≥ 85 à $99,5\%$ en poids d'acide acrylique
- ≥ 0 , en règle générale $0,1$ à 40% en poids d'eau,
- 15 ≥ 0 , en règle générale $0,001$ à 5% en poids d'acroléine
- ≥ 0 , partiellement $0,001$ à 10% en poids de méthacroléine,
- ≥ 0 , partiellement $0,001$ à 10% en poids
20 d'acide méthacrylique,
- ≥ 0 , en règle générale de $0,01$ jusqu'à 10% jusqu'à 7% en poids d'acide acétique,
- ≥ 0 , en règle générale $0,01$ jusqu'à 5% en poids d'acide propionique,
- 25 ≥ 0 , en règle générale $0,001$ à 5% en poids de formaldéhyde,
- ≥ 0 , en règle générale $0,001$ à 5% en poids d'aldéhydes différents du formaldéhyde (chaque aldéhyde),
- 30 ≥ 0 , en règle générale $0,01$ à 5% en poids d'acide maléique,

≥ 0 , en règle générale 0,01 à 10 % en poids de benzaldéhyde et/ou d'acide benzoïque, ainsi que

≥ 0 à 3 % en poids de protoanémonine.

Pour la séparation de la suspension S en un
5 produit cristallisé contenu dedans et en une phase résiduelle liquide R (eau mère), tous les procédés présentés dans les documents WO 01/77 856, WO 02/055 469 ainsi que WO 03/078 378 destinés à la
10 séparation d'un produit cristallisé en suspension et d'eau mère (par exemple des procédés de séparation mécanique comme la centrifugation) sont de manière générale pris en considération pour faire suite à un procédé selon la présente invention. La séparation a lieu de manière préférée dans une colonne de lavage.
15 Il s'agit de manière avantageuse d'une colonne de lavage avec transport forcé des cristaux séparés (par exemple des cristaux d'acide acrylique). La part massique de produit cristallisé dans le lit de produit cristallisé atteint ici en règle générale des valeurs
20 $> 0,5$. Dans le cas normal, la colonne de lavage fonctionne pour des valeurs de 0,6 à 0,75. En tant que liquide de lavage, on utilise de manière avantageuse la fusion de cristaux (par exemple de cristaux d'acide acrylique) purifiés (séparés) préalablement dans la
25 colonne de lavage. Le lavage a lieu normalement à contre-courant. Le procédé selon la présente invention comporte ainsi en particulier des procédés qui comportent les étapes de procédé suivantes (ces procédés peuvent être utilisés ainsi également dans le
30 cas de produits cibles différents de l'acide acrylique) :

- a) (dans les deux états de fonctionnement I, II) séparation selon la présente

- invention par cristallisation d'acide acrylique (en tant que produit cible) à partir d'une phase liquide P (par exemple à partir d'acide acrylique brut liquide) avec formation (prélèvement) d'une suspension S,
- 5
- b) séparation de la suspension S en un produit cristallisé d'acide acrylique et en une eau mère (phase résiduelle liquide R),
- 10
- c) fusion au moins partielle du produit cristallisé d'acide acrylique séparé et
- d) recyclage au moins partiel du produit cristallisé d'acide acrylique fondu vers
- 15 l'étape b) et/ou vers l'étape a).

L'étape b) a lieu ici de manière préférée grâce à un lavage à contre-courant avec du produit cristallisé d'acide acrylique fondu préalablement séparé et recyclé dans l'étape b). Les étapes b), c)

20 et d) ont lieu de manière avantageuse dans une colonne de lavage.

C'est-à-dire que le procédé selon la présente invention comporte aussi des procédés dans lesquels on transfère la phase liquide P contenant de

25 l'acide acrylique en tant que produit cible selon la présente invention dans une suspension S constituée d'un produit cristallisé d'acide acrylique et d'une phase résiduelle liquide R (eau mère), on sépare mécaniquement de la suspension S éventuellement une

30 partie de l'eau mère (phase résiduelle liquide R) subsistante et on débarrasse le produit cristallisé d'acide acrylique de l'eau mère subsistante dans une colonne de lavage, sous réserve que :

- 5 a) la phase liquide P dans les deux étapes de fonctionnement I, II, par rapport à l'acide acrylique contenu dedans contiennent de 0,20 jusqu'à 30, fréquemment jusqu'à 20, souvent jusqu'à 10 % en poids d'eau, et
- 10 b) la fusion du produit cristallisé d'acide acrylique purifié (séparé de manière purifiante) dans la colonne de lavage soit utilisée en tant que liquide de lavage.

Le procédé selon la présente invention comporte en particulier des procédés ci-dessus, la phase liquide P présentant des quantités d'acide

15 acrylique > 70 % en poids, ou $\geq$ 75 % en poids, ou $\geq$ 80 % en poids, ou $\geq$ 85 % en poids, ou $\geq$ 90 % en poids, ou $\geq$ 95 % en poids.

Il est en outre avantageux selon la présente invention que la teneur en eau de la phase liquide P contenant de l'acide acrylique en tant que produit

20 cible X dans les procédés décrits ci-dessus (ou de manière générale lors de l'utilisation du procédé selon la présente invention), par rapport à l'acide acrylique contenu dans la phase liquide P, soit au

25 moins dans l'état de fonctionnement II de 0,2 ou 0,4 jusqu'à 8, ou jusqu'à 10, ou jusqu'à 20, ou jusqu'à 30 % en poids, ou de 0,60 jusqu'à 5 % en poids, ou de 0,60 jusqu'à 3 % en poids.

Le procédé selon la présente invention peut

30 naturellement aussi être adapté à tous les acides acryliques bruts du document WO 98/01 414 ainsi qu'à tous les p-xylènes bruts du document EP-A 097 405 en tant que phase liquide P.

En règle générale, la température de la suspension de produit cristallisé S lors de son prélèvement à partir de l'espace secondaire (T_s^{aus}) lors d'une utilisation de phase liquide P contenant de l'acide acrylique brut en tant que produit cible X dans le procédé selon la présente invention se situe, dans les deux états de fonctionnement I, II, dans la plage de -25°C à $+14^{\circ}\text{C}$, en particulier dans la plage de -5°C à $+12^{\circ}\text{C}$ et de manière particulièrement avantageuse dans la plage de 4 ou 6 à 9°C .

Tout ce qui a été cité précédemment vaut particulièrement quand la colonne de lavage est une colonne de lavage à transport forcé des cristaux d'acide acrylique, et ceci surtout quand il s'agit d'une colonne de lavage hydraulique ou d'une colonne de lavage mécanique conformément au document WO 01/77 056 et qu'elle fonctionne comme présenté ci-dessus.

Tout ce qui a été mentionné ci-dessus vaut particulièrement quand la colonne de lavage est réalisée et fonctionne conformément aux informations de la demande allemande N° 10 2007 004 960.0, et au document WO 03/041 832 ainsi que WO 03/041 833 et WO 2006/111 565.

Avec la séquence "oxydation partielle d'au moins un composé précurseur C_3 , condensation fractionnante d'acide acrylique à partir du mélange de gaz de production de l'oxydation partielle, séparation selon la présente invention par cristallisation d'acide acrylique à partir des condensats d'acide acrylique prélevés sur la condensation d'acide acrylique en tant que phase liquide P (éventuellement après addition de constituants B_i afin d'ajuster M_B^{ges} avec guidage vers l'extérieur d'une suspension de

produit cristallisé d'acide acrylique S à partir de l'espace secondaire de l'échangeur de chaleur, et séparation de la suspension S en une eau mère subsistante et un produit cristallisé pur d'acide acrylique dans une colonne de lavage avec utilisation d'une fusion de produit cristallisé pur d'acide acrylique préalablement séparé en tant que liquide de lavage", le procédé selon la présente invention permet de la manière la plus efficace une préparation d'acide acrylique convenant pour des superabsorbants, adaptée aux demandes respectives du marché.

Naturellement, toutes les étapes de procédé dans lesquelles de l'acide acrylique est impliqué sont mises en oeuvre avec inhibition de la polymérisation. On peut ici procéder de la manière décrite par la technique antérieure. La dibenzo-1,4-thiazine (PTZ), le 4-hydroxy-2,2,6,6-tétraméthylpipéridine-1-oxyle (4-OH-TEMPO) et le p-méthoxyphénol (MEHQ), qui peuvent être un constituant de la phase liquide P (par exemple de l'acide acrylique brut) soient respectivement en eux-mêmes, par paire ou sous la forme d'un mélange de trois, occupent une position excellente, inférieure aux quantités totales des agents stabilisants de procédé d'acide acrylique disponibles. Leur quantité totale par rapport à l'acide acrylique contenu dans la phase liquide P est habituellement de 0,001 à 2 % en poids.

D'une manière correspondante à celle présentée à titre d'exemple pour l'acide acrylique, le procédé selon la présente invention peut aussi être intégré dans le procédé de préparation d'autres produits cibles X.

C'est-à-dire que la présente demande comporte en particulier un procédé dans lequel un

procédé de séparation en continu du produit cristallisé finement réparti, contenu dans la suspension S, du produit cible X fait suite au procédé selon la présente invention,

- 5 - la suspension S est amenée à une colonne de lavage, qui présente une paroi de colonne de lavage, qui entoure un espace de procédé,
- 10 - de l'eau mère (phase résiduelle liquide R) provenant de l'espace de procédé est émise grâce à des dispositifs de filtration, avec rétention du produit cristallisé contenu dans la suspension S et avec formation d'un lit de produit
- 15 cristallisé dans l'espace de procédé à partir de la suspension S amenée dans l'espace de procédé,
- le lit de produit cristallisé est transporté dans l'espace de procédé,
- 20 - au moins une force différente de la gravitation, qui transporte le lit de produit cristallisé dans l'espace de procédé, agit dans l'espace de procédé dans la direction de transport du lit de
- 25 produit cristallisé,
- une fusion pure, constituée du produit cristallisé fondu et préalablement séparé par ce procédé de colonne de lavage est amenée à contre-courant au
- 30 lit de produit cristallisé dans l'espace de procédé, de sorte qu'un front de lavage se forme dans le lit de produit cristallisé, qui divise le lit de

produit cristallisé en une zone d'eau mère et en une zone de fusion pure, et

5 - du produit cristallisé lavé en continu dans la colonne de lavage est évacué sous une forme solide et/ou fondue au niveau de l'extrémité, opposée à l'arrivée de la suspension S, de la colonne de lavage.

10 Ce qui a été mentionné ci-dessous vaut particulièrement quand le produit cible X est, dans le procédé selon la présente invention, de l'acide acrylique (en particulier quand la phase liquide P dans au moins un des deux états de fonctionnement I, II, est un acide acrylique brut selon le présent

15 document). En règle générale, un autre procédé, dans lequel du produit cristallisé d'acide acrylique séparé est fondu et soumis ensuite à une polymérisation (de préférence une polymérisation par voie radicalaire) avec lui-même ou avec d'autres composés au moins une

20 fois éthyléniquement insaturés (par exemple une polymérisation en solution, une polymérisation en émulsion, une polymérisation en suspension, une polymérisation en phase gazeuse, ou une polymérisation en substance), fait dans ce cas suite à la séparation

25 du produit cristallisé d'acide acrylique finement réparti. Un tel procédé peut également faire suite quand la séparation du produit cristallisé et de l'eau mère (phase résiduelle liquide R) est entreprise autrement qu'avec une colonne de lavage.

30 La colonne de lavage précitée est ici de manière avantageuse une colonne de lavage hydraulique ou une colonne de lavage mécanique. Des colonnes de lavage correspondantes se trouvent par exemple décrites dans les documents WO 2006/110 565,

DE-A 10 2007 032 633, WO 03/041 832, WO 03/041 833, DE-A 10 2005 015 639 et WO 01/77 056 et par la technique antérieure citée dans ces documents.

Pour l'ajustement du degré Y souhaité de cristallisation de la suspension S sortie de l'espace secondaire de l'échangeur de chaleur, on peut approcher, dans le procédé selon la présente invention, par exemple la différence, déterminée pour chaque moment de fonctionnement à l'aide d'un 5 calculateur de procédé, entre le courant de chaleur de cristallisation $\dot{Q}_{Kr,Y}$ se développant de manière justifiée dans l'espace secondaire, et correspondant au degré de cristallisation Y , et la différence, formée entre le courant de chaleur $\dot{Q}_{aus}$ guidé par 10 ailleurs complètement hors de l'espace secondaire de l'échangeur de chaleur et le courant de chaleur $\dot{Q}_{ein}$ introduit par ailleurs complètement dans l'espace secondaire de l'échangeur de chaleur. En tant que valeur de réglage, on peut, de manière appropriée à la 15 technique d'utilisation, utiliser ici T_k^{ein} .

Pour la mise en oeuvre du procédé selon la présente invention, on prend en considération théoriquement tous les types d'échangeurs de chaleur indirects (ils présentent par définition la structure 25 espace primaire/espace secondaire nécessaire selon la présente invention (cf. par exemple Kristallisation, Grundlage und Technik, Günther Metz, Springer-Verlag, Berlin 1969, pages 214 et suivantes ainsi que Ullmanns Encyclopädie der technischen Chemie, Verfahrenstechnik 30 I, Verlag Chemie Weinheim, 4^e édition, 1972, pages 672 à 682, ainsi que la technique antérieure mentionnée dans ces ouvrages de référence).

En tant qu'échangeur de chaleur indirect, on utilise de manière préférée selon la présente invention un échangeur de chaleur dans lequel la face tournée vers l'espace secondaire de la au moins une paroi de séparation séparant respectivement le au moins un espace primaire de l'espace secondaire fonctionne en étant essuyée (raclage en continu des surfaces transférant la chaleur concernées à l'aide de dispositifs d'essuyage appropriés). Ces types d'échangeurs de chaleur indirects (cristallisoirs, refroidisseurs) sont fréquemment désignés également en tant que refroidisseurs à raclage. Le au moins un espace primaire peut être mis en place dans l'échangeur de chaleur indirect de manière immobile ou mobile (par exemple des disques de refroidissement extractibles). Dans ce dernier cas, les éléments d'espace primaire mobiles peuvent être échangés de temps en temps.

Le mouvement de transport de la phase fluide se trouvant dans l'espace secondaire à travers celui-ci est dans beaucoup de cas déjà suffisant pour conditionner une mise en suspension du produit cristallisé séparé dans l'espace secondaire. En règle générale, l'espace secondaire présente cependant de manière supplémentaire un ou plusieurs dispositifs de mélange. Dans le cas le plus simple, cela peut être un passage goutte à goutte avec un gaz adjuvant (par exemple de l'air), un ou plusieurs agitateurs, le dispositif d'essuyage et/ou un transvasement à la pompe. Le transport du débit massique amené à l'espace secondaire à travers ce même espace secondaire est normalement réalisé en repoussant la phase liquide P à l'aide de pompes dans l'espace secondaire. Le prélèvement de la suspension (de produit cristallisé)

S à partir de l'espace secondaire a lieu habituellement avec une régulation de débordement (mais il peut cependant aussi avoir lieu avec un réglage de niveau grâce à un tube immergé).

5 A cette fin, on utilise de manière avantageuse pour la technique d'utilisation une barrière de débordement réglable en hauteur.

 En tant que sélection donnée à titre d'exemple, on peut utiliser pour le procédé selon la
10 présente invention :

- des cristallisoirs à tube rotatifs (l'espace secondaire est l'espace intérieur de tube ; l'extrémité d'enveloppe de tube est une enveloppe
15 double dans laquelle l'agent de refroidissement est mené en écoulement parallèle au ou à contre-courant du débit massique dans l'intérieur de tube ; l'intérieur de tube est de préférence
20 légèrement incliné par rapport à l'horizontale ; sur la paroi intérieure de tube, des gouttes de produit cristallisé se formant éventuellement peuvent être détachées en continu par des chocs (par
25 exemple avec des chaînes) et/ou raclées (par exemple avec des balais radiaux) ; la phase liquide P est alimentée en continu dans la première extrémité du tube, la suspension S est sortie en continu au
30 niveau de l'autre extrémité du tube) ;
- un récipient avec des éléments de refroidissement accrochés (des éléments de refroidissement (par exemple des disques de refroidissement) sont accrochés dans un

- 5 récipient non agité ; la phase liquide P est par exemple introduite par en bas à gauche dans le récipient et la suspension S est sortie du récipient avec régulation de débordement par en haut à droite ; des éléments de refroidissement présentant éventuellement des incrustations sont remplacés par des éléments de refroidissement intacts) ;
- 10 - des récipients à agitation (ce sont par exemple des récipients qui sont entourés par une enveloppe de refroidissement et/ou sont équipés d'éléments de refroidissement (serpentin de refroidissement, disque de
- 15 refroidissement) ; ils présentent de manière supplémentaire un agitateur qui brasse en continu par agitation le contenu de l'espace intérieur non couvert par les éléments de refroidissement ; la phase
- 20 liquide P est amenée grâce à des pompes et la suspension S est sortie par débordement) ;
- un votateur (tube au repos, refroidi par l'enveloppe, dont la paroi est raclée par
- 25 des feuilles de raclage planes pressées par des ressorts ; la phase liquide P est pompée à l'intérieur au niveau d'une extrémité, la suspension S s'écoule vers l'extérieur au niveau de l'autre
- 30 extrémité) ;
- cristalliseur à plateaux (récipient en forme de cuvette comportant un arbre monté horizontalement, sur lequel sont installés des plateaux creux (disques creux) à

5 intervalles réguliers, qui sont parcourus
par le milieu de refroidissement en règle
générale à contre-courant de la phase
liquide P en train de cristalliser, et qui
10 possèdent des découpes en forme de secteur
pour le passage de la phase liquide P ou
de la suspension de produit cristallisé ;
une agitation douce de la suspension de
produit cristallisé grâce aux plateaux et
15 aux conduites axiales de refroidissement
qui les relient ; la phase liquide P est
introduite dans le cristalliseur à
plateaux par le premier côté grâce à des
pompes et est évacuée du cristalliseur à
plateaux par le côté opposé grâce à une
régulation du débordement) ;

- cristalliseur à recirculation forcée de la
société Swenson ou Messo Chemietechnik.

Des cristalliseurs particulièrement
20 appropriés pour le procédé selon la présente invention
(en particulier dans le cas de l'acide acrylique, de
l'acide méthacrylique, du p-xylène ou de la N-
vinylpyrrolidone en tant que produit cible X) sont les
cristalliseurs à disque de refroidissement (des
25 disques de refroidissement se trouvant dans l'espace
secondaire contiennent les espaces primaires), par
exemple ceux qui sont décrits dans "Research
Disclosure Database" Numéro 496005 (publié en
août 2005) et dans "Research Disclosure Database"
30 Numéro 479008 (publié en mars 2004).

En tant qu'agent de refroidissement fluide
(ou adjuvant), on peut utiliser aussi bien des gaz que
des liquides.

Des agents de refroidissement liquides (ou des agents de chauffage) sont utilisés de manière préférée selon la présente invention. En tant qu'agent de refroidissement liquide (ou agent de chauffage), on prend par exemple en considération des huiles caloporteuses, de l'eau, des solutions de sels dans de l'eau, des alcools organiques monovalents ou plurivalents comme le méthanol, l'éthanol, le propanol, le glycol et/ou la glycérine, mais également des mélanges constitués d'un ou de plusieurs des agents de refroidissement précités, comme par exemple des mélanges eau-méthanol ou des mélanges eau-glycol (par exemple avec 10 à 60 % en poids de glycol).

La température T_K^{ein} est ajustée, de manière typique pour une cristallisation par refroidissement selon la présente invention, de 0 à 20 K, souvent de 1 à 15 K et la plupart du temps de 2 à 10 K sous T_s^{aus} (la température à laquelle la suspension S est prélevée à partir de l'espace secondaire).

Dans beaucoup de cas, il reste cependant des éléments de surface de cloison, qui ne peuvent pas être essuyés ou seulement difficilement. Ceci est par exemple le cas lorsque l'espace primaire est l'espace intérieur d'un disque de refroidissement circulaire, qui se trouve par exemple simplement immergé dans la phase liquide s'écoulant dans l'espace secondaire. Tandis que la face avant et la face arrière du disque de refroidissement sont accessibles de manière comparativement simple à un essuyage, celui-ci ne s'applique plus normalement sur la surface d'enveloppe du disque de refroidissement. Des éléments de surface de ce type sont par conséquent soumis en règle générale à un traçage, qui doit éliminer leur incrustation comprenant du produit cristallisé. Un tel

traçage peut être par exemple un traçage par résistance. Naturellement, un tel traçage peut cependant également être réalisé grâce à un échange de chaleur indirect.

5 Dans le cas d'une utilisation des disques de refroidissement circulaires revendiqués ci-dessus, un tuyau de chauffage creux (ou un autre profilé creux) peut par exemple être appliqué sur leurs surfaces d'enveloppe (sur la face frontale de paroi de disque
10 non essuyée), dans lesquelles un milieu de chauffage fluide est amené en continu à la température T_H^{ein} et hors duquel est évacué le même milieu de chauffage fluide à la température $T_H^{aus} < T_H^{ein}$. Le milieu de chauffage fluide est de préférence également un
15 liquide. L'agent chauffant (milieu de chauffage) est de manière particulièrement préférée la même substance, qui est amenée simultanément en tant qu'agent chauffant à travers l'espace primaire, à une autre température. La température T_H^{ein} est choisie de
20 manière appropriée dans une plage supérieure à T_S^{aus} , par exemple dans la plage de 0 à 20 K, souvent de 0,5 à 10 K et la plupart du temps de 1 à 5 K.

 Les constituants B_i sont normalement dans la présente invention des composés moléculaires. Pour le
25 cas où il s'agit de composés ioniques ou fortement polaires, le degré de dissociation de ces composés dans la phase liquide P est à rapporter encore éventuellement de manière connue au nombre molaire n_i pertinent selon la présente invention.

30 Les cristaux du produit cristallisé de suspension se formant lors d'une mise en oeuvre du procédé selon la présente invention présentent de manière typique une dimension longitudinale (ligne de liaison rectiligne directe la plus longue entre deux

points se trouvant sur la surface de cristal) dans la plage de 1 à 10 000 μm , souvent de 10 à 1000 μm , fréquemment de 100 à 800 μm et très souvent de 300 à 600 μm .

5 La séparation par cristallisation peut du reste être mise en oeuvre comme les cristallisations en suspension réalisées dans la technique antérieure.

 La suspension (de produit cristallisé) S
provenant d'une séparation selon la présente invention
10 n'est normalement pas amenée immédiatement à sa séparation de produit cristallisé et de phase résiduelle R (eau mère). Elle est plutôt retamponnée dans un réservoir par exemple agité et/ou repompé et prélevée en continu à partir de celui-ci et par
15 exemple amenée à une séparation en colonne de lavage. Si plusieurs (par exemple deux ou trois) cristallisoirs (échangeurs de chaleur) par exemple de construction identique fonctionnent en parallèle selon la présente invention, toutes les suspensions S
20 respectivement sorties des différents cristallisoirs (qui présentent essentiellement toutes le même degré de cristallisation Y) sont amenées initialement de manière appropriée pour la technique d'utilisation à un réservoir tampon I et mélangées dans ce même
25 réservoir par agitation. A partir de ce réservoir tampon I, les dispositifs de séparation pour la séparation eau mère/produit cristallisé (par exemple des colonnes de lavage hydraulique, dont le nombre correspond avantageusement à celui des cristallisoirs
30 fonctionnant en parallèle (mais qui peut cependant être inférieur ou supérieur à ceux-ci) et qui fonctionnent également en parallèle (et sont habituellement également de même conception) sont alors alimentés. Le produit pur fondu prélevé à partir

par exemple du circuit de fusion de la colonne de lavage respective est amené à un réservoir de stockage commun, dans lequel les courants de produit pur arrivant sont mélangés les uns avec les autres. A
5 partir du réservoir de stockage, le produit cible X pur (avec éventuellement une inhibition de polymérisation) peut alors être amené à l'utilisateur respectif. A partir de l'eau mère (phase résiduelle liquide R), on recycle fréquemment au moins une
10 quantité partielle dans un procédé de séparation diffus utilisé pour la préparation de la phase liquide P (cf. figure 5 du document WO 01/77 056 ou la demande allemande N° 10 2007 004 960.0). Ce recyclage n'a en règle générale pas lieu immédiatement à partir du
15 dispositif utilisé pour la séparation de l'eau mère et du produit cristallisé.

L'eau mère séparée (la phase résiduelle liquide R séparée) est plutôt initialement amenée à un récipient tampon II commun, dans lequel les phases
20 résiduelles R arrivant des différents dispositifs de séparation (par exemple colonnes de lavage) sont mélangées les unes avec les autres. Un trop-plein éventuel du réservoir tampon I contenant la suspension S est également amené à ce récipient tampon II. A
25 partir de ce récipient tampon II, le recyclage dans un procédé de séparation diffus mentionné ci-dessus peut alors avoir lieu (par exemple dans le cas de l'acide acrylique en tant que produit cible X selon la figure 5 du document WO 01/77 056 ou conformément aux
30 informations de la demande allemande N° 10 2007 004 960.0 dans la condensation fractionnante du mélange de gaz de production de l'oxydation partielle en phase gazeuse catalysée de manière hétérogène d'un composé précurseur C₃ de

l'acide acrylique). S'il existe dans le cadre d'une telle préparation d'acide acrylique par exemple un besoin en un acide acrylique de rinçage chaud, pour par exemple rincer des filtres incrustées de produit cristallisé dans les colonnes de lavage hydrauliques utilisées pour la séparation de produit cristallisé et de phase résiduelle liquide, celui-ci est prélevé de manière appropriée également dans le récipient tampon II.

Une augmentation de $\dot{m}_x$ est possible de manière simple dans le procédé selon la présente invention en augmentant le débit (massique), amené à l'espace secondaire, de phase liquide P contenant du produit cible X (en augmentant l'intensité de débit de ce débit d'arrivée). A cette fin, on augmente normalement le rendement espace-temps dans les installations de production existantes destinées à la préparation de la phase liquide P. Ceci est possible dans le cas d'une oxydation partielle en phase gazeuse catalysée de manière hétérogène pour la préparation du produit cible X (par exemple de l'acide acrylique ou de l'acide méthacrylique) par exemple de manière simple en augmentant avec du mélange de gaz de production la charge du lit fixe de catalyseur avec du mélange de gaz réactionnel et la charge des dispositifs faisant suite à l'oxydation partielle pour la séparation du produit cible X à partir du mélange de gaz de production de l'oxydation partielle (cf. par exemple DE-A 10 337 788 et la technique antérieure citée dans ce document).

Les pressions de travail habituellement utilisées dans le procédé selon la présente invention ne sont normalement pas supérieures à 5 bars, la

plupart du temps pas supérieures à 3 bars, fréquemment pas supérieures à 2 bars et en règle générale $\leq 1,5$ bar et ≥ 1 bar. Pour des raisons par exemple d'évacuation de monomères par aspiration, la pression de travail peut se situer également en dessous de la pression atmosphérique.

La présente invention comprend ainsi en particulier les modes de réalisation suivants :

1.- Procédé de mise en oeuvre d'une séparation en continu d'un produit cible X sous la forme d'un produit cristallisé finement réparti du produit cible X à partir d'une phase liquide P constituée du produit cible X ainsi que de constituants B_i différents du produit cible X, dont la fraction molaire totale en constituant B_i présente la valeur M_B^{ges} , à l'aide d'un échangeur de chaleur indirect présentant un espace secondaire et au moins un espace primaire, dans lequel l'espace secondaire et le au moins un espace primaire sont séparés spatialement l'un de l'autre respectivement par au moins une cloison matérielle, qui sert de surface pour le transfert de chaleur de l'espace secondaire au moins un espace primaire, dans lequel un courant de phase liquide P, et un débit massique $\dot{m}_x$ de produit cible X en tant que constituant de celui-ci, est introduit dans l'espace secondaire de l'échangeur de chaleur, tandis que le au moins un espace primaire est parcouru simultanément par au moins un milieu de refroidissement fluide, qui est amené au au moins un espace primaire à la température T_K^{ein} , de sorte que dans l'espace secondaire se forme à partir de la phase liquide P, avec subsistance d'une phase résiduelle liquide R, du produit cristallisé finement réparti du

produit cible X, qui est mis en suspension dans la phase résiduelle liquide R subsistante, qui contient, en comparaison avec la phase liquide P, de manière enrichie les constituants différents du produit cible X et dont la teneur en produit cible X est d'au moins 70 %, avec obtention d'une suspension S présentant un degré de produit cristallisation Y, du produit cristallisé finement réparti du produit cible X dans la phase résiduelle liquide R, un courant de la suspension S est retiré en continu de l'espace secondaire de l'échangeur de chaleur, dans des états de fonctionnement I et II différents l'un de l'autre, où, dans l'état de fonctionnement I, le au moins un milieu de refroidissement fluide de température T_k^{ein} (I) est amené au au moins un espace primaire et le courant de phase liquide P ayant un débit massique $\dot{m}_x$ (I), contenu dans ce même courant, de produit cible X est amené à l'espace secondaire, et, dans l'état de fonctionnement II, le au moins un milieu de refroidissement fluide de température T_k^{ein} (II) est amené au au moins un espace primaire et le courant de phase liquide P de débit massique $\dot{m}_x$ (II), contenu dans le même courant, de produit cible X étant amené à l'espace secondaire, sous réserve que $\dot{m}_x$ (II) > $\dot{m}_x$ (I) et T_k^{ein} (II) < T_k^{ein} (I),

caractérisé en ce que la fraction molaire totale M_B^{ges} de constituants différents du produit cible X dans la phase liquide P amenée à l'espace secondaire dans l'état de fonctionnement I est supérieure à ce qu'elle est dans l'état de fonctionnement II.

2.- Procédé selon le mode de réalisation 1, caractérisé en ce que le degré de produit

cristallisation Y dans l'état de fonctionnement I et dans l'état de fonctionnement II est de 0,10 à 0,50.

3.- Procédé selon le mode de réalisation 1, caractérisé en ce que le degré de produit cristallisation Y dans l'état de fonctionnement I et dans l'état de fonctionnement II est de 0,20 à 0,40.

4.- Procédé selon le mode de réalisation 1, caractérisé en ce que le degré de produit cristallisation Y dans l'état de fonctionnement I et dans l'état de fonctionnement II est de 0,25 à 0,35.

5.- Procédé selon l'un quelconque des modes de réalisation 1 à 4, caractérisé en ce que la différence entre $\dot{m}_x$ (I) et $\dot{m}_x$ (II) est d'au moins 5 %, par rapport à la moyenne arithmétique de $\dot{m}_x$ (I) et de $\dot{m}_x$ (II).

6.- Procédé selon l'un quelconque des modes de réalisation 1 à 4, caractérisé en ce que la différence entre $\dot{m}_x$ (I) et $\dot{m}_x$ (II) est d'au moins 20 %, par rapport à la moyenne arithmétique de $\dot{m}_x$ (I) et $\dot{m}_x$ (II).

7.- Procédé selon l'un quelconque des modes de réalisation 1 à 4, caractérisé en ce que la différence entre $\dot{m}_x$ (I) et $\dot{m}_x$ (II) est d'au moins 50 %, par rapport à la moyenne arithmétique de $\dot{m}_x$ (I) et $\dot{m}_x$ (II).

8.- Procédé selon l'un quelconque des modes de réalisation 1 à 7, caractérisé en ce que le degré de produit cristallisation Y dans l'état de fonctionnement I, Y (I), et le degré de produit cristallisation Y dans l'état de fonctionnement II, Y (II) ne s'écarte pas de plus de 20 % l'un de l'autre,

par rapport à la moyenne arithmétique de Y (I) et de Y (II).

9.- Procédé selon l'un quelconque des modes de réalisation 1 à 8, caractérisé en ce que la
5 différence entre T_K^{ein} (II) et T_K^{ein} (I) est de 0,1 à 30 K.

10.- Procédé selon l'un quelconque des modes de réalisation 1 à 8, caractérisé en ce que la
différence entre T_K^{ein} (II) et T_K^{ein} (I) est d'au moins
10 0,3 K.

11.- Procédé selon l'un quelconque des modes de réalisation 1 à 8, caractérisé en ce que la
différence entre T_K^{ein} (II) et T_K^{ein} (I) est d'au moins
0,5 K.

12.- Procédé selon l'un quelconque des modes de réalisation 1 à 11, caractérisé en ce que la teneur
en produit cible X de la phase résiduelle liquide R
contenue dans la suspension S prélevée dans l'espace
secondaire est ≥ 80 % en poids dans les deux états de
20 fonctionnement I, II.

13.- Procédé selon l'un quelconque des modes de réalisation 1 à 11, caractérisé en ce que la teneur
en produit cible X de la phase résiduelle liquide R
contenue dans la suspension S prélevée dans l'espace
secondaire est ≥ 90 % en poids dans les deux états de
25 fonctionnement I, II.

14.- Procédé selon l'un quelconque des modes de réalisation 1 à 13, caractérisé en ce que le
produit cible X est de l'acide acrylique, de l'acide
méthacrylique, du p-xylène ou de la N-
30 vinylpyrrolidone.

15.- Procédé selon l'un quelconque des modes de réalisation 1 à 14, caractérisé en ce que, dans

l'état de fonctionnement II, le nombre molaire total, contenu dans la phase liquide P amenée à l'espace secondaire, de constituants B_i dont le poids moléculaire est inférieur au triple du poids moléculaire du produit cible X, divisé par le nombre molaire total de tous les constituants contenus dans cette même phase liquide P, est supérieur au nombre molaire total, contenu dans la phase liquide P amenée à l'espace secondaire dans l'état de fonctionnement I, de constituants B_i dont le poids moléculaire est inférieur au triple du poids moléculaire du produit cible X, divisé par le nombre molaire total de tous les constituants contenus dans cette même phase liquide P.

16.- Procédé selon l'un quelconque des modes de réalisation 1 à 14, caractérisé en ce que, dans l'état de fonctionnement II, le nombre molaire total, contenu dans la phase liquide P amenée à l'espace secondaire, des constituants B_i dans l'état dont le poids moléculaire est inférieur au double du poids moléculaire du produit cible X, divisé par le nombre molaire total de tous les constituants contenus dans cette même phase liquide P, est supérieur au nombre molaire total, contenu dans la phase liquide P amenée à l'espace secondaire dans l'état de fonctionnement I, de constituants B_i dont le poids moléculaire est inférieur au double du poids moléculaire du produit cible X, divisé par le nombre molaire total de tous les constituants contenus dans cette même phase liquide P.

17.- Procédé selon l'un quelconque des modes de réalisation 1 à 14, caractérisé en ce que, dans l'état de fonctionnement II, le nombre molaire total, contenu dans la phase liquide P amenée à l'espace

secondaire, des constituants B_i , dont le poids moléculaire est inférieur au simple du poids moléculaire du produit cible X, divisé par le nombre molaire total de tous les constituants contenus dans cette même phase liquide P est supérieur au nombre molaire total, contenu dans la phase liquide P amenée à l'espace secondaire dans l'état de fonctionnement I, de constituants B_i dont le poids moléculaire est inférieur au simple du poids moléculaire du produit cible X, divisé par le nombre molaire total de tous les constituants contenus dans cette même phase liquide P.

18.- Procédé selon l'un quelconque des modes de réalisation 1 à 14, caractérisé en ce que, dans l'état de fonctionnement II, la fraction molaire de H_2O contenue dans la phase liquide P amenée à l'espace secondaire est supérieur à la fraction molaire de H_2O contenue dans la phase liquide P amenée dans l'état de fonctionnement I à l'espace secondaire.

19.- Procédé selon l'un quelconque des modes de réalisation 1 à 18, caractérisé en ce que le produit cible X est de l'acide acrylique, qui provient d'un procédé de préparation d'acide acrylique qui comporte un procédé d'oxydation partielle en phase gazeuse catalysée de manière hétérogène d'un composé précurseur C_3 pour donner un mélange de gaz de production contenant de l'acide acrylique et une isolation consécutive de l'acide acrylique à partir de ce mélange de gaz de production, et est co-utilisé pour l'ajustement de M_B^{ges} dans la phase liquide P amenée à l'espace secondaire, issue, dans l'état de fonctionnement II, de la solution aqueuse contenant de l'acide acrylique, prélevée dans le procédé de

préparation d'acide acrylique, dont la teneur en eau est d'au moins 60 % en poids.

20.- Procédé selon l'un quelconque des modes de réalisation 1 à 19, caractérisé en ce que le produit cible X est de l'acide acrylique, qui provient d'un procédé de préparation d'acide acrylique qui comporte un procédé d'oxydation partielle en phase gazeuse catalysée de manière hétérogène d'un composé précurseur C_3 pour donner un mélange de gaz de production contenant de l'acide acrylique et une séparation consécutive de l'acide acrylique à partir de ce mélange de gaz de production, et est co-utilisé pour l'ajustement de M_B^{ges} , dans la phase liquide P amenée à l'espace secondaire, issue, l'état de fonctionnement I, de la solution aqueuse contenant de l'acide acrylique prélevée dans le procédé de préparation d'acide acrylique prélevée, dont la teneur en eau est d'au moins 80 % en poids.

21.- Procédé selon l'un quelconque des modes de réalisation 1 à 20, caractérisé en ce que le produit cible X est de l'acide acrylique, qui provient d'un procédé de préparation d'acide acrylique qui comporte un procédé d'oxydation partielle en phase gazeuse catalysée de manière hétérogène d'un composé précurseur C_3 pour donner un mélange de gaz de production contenant de l'acide acrylique et une séparation d'acide acrylique à partir de ce mélange de gaz de production grâce à une absorption et/ou condensation fractionnante.

22.- Procédé selon le mode de réalisation 21, caractérisé en ce qu'un procédé de séparation de la suspension S en un produit cristallisé, contenu dedans, du produit cible X et en une phase résiduelle liquide R, contenue dedans, s'ensuit, et au moins une

quantité partielle de la phase résiduelle liquide R est recyclée dans l'absorption et/ou condensation fractionnante.

23.- Procédé selon l'un quelconque des modes de réalisation 1 à 22, caractérisé en ce que le produit cible X est de l'acide acrylique et la phase liquide P dans les deux états de fonctionnement I, II présente les teneurs ci-dessous :

	> 70 % en poids	acide acrylique,
10	jusqu'à 15 % en poids	acide acétique,
	jusqu'à 5 % en poids	acide propionique,
	jusqu'à 5 % en poids	aldéhydes à bas
		poids moléculaire,
	jusqu'à 3 % en poids	inhibiteurs de
15		polymérisation
	0 à 5 % en poids	acide diacrylique,
		et
	jusqu'à 20 % en poids	eau.

24.- Procédé selon l'un quelconque des modes de réalisation 1 à 23, caractérisé en ce que l'état de fonctionnement I se situe temporellement avant l'état de fonctionnement II et l'augmentation de M_B^{ges} (I) jusqu'à M_B^{ges} (II) a lieu préalablement à l'augmentation de $\dot{m}_x$ (I) et $\dot{m}_x$ (II), lors du passage de l'état de fonctionnement I à l'état de fonctionnement II.

25.- Procédé selon l'un quelconque des modes de réalisation 1 à 23, caractérisé en ce que l'état de fonctionnement II se situe temporellement avant l'état de fonctionnement I et la baisse de $\dot{m}_x$ (II) jusqu'à $\dot{m}_x$ (I) a lieu préalablement à la baisse de m_B^{ges} (II) jusqu'à m_B^{ges} (I), lors du passage de l'état de fonctionnement II à l'état de fonctionnement I.

26.- Procédé selon l'un quelconque des modes de réalisation 1 à 25, caractérisé en ce qu'il comporte, de manière supplémentaire à l'étape de procédé selon la revendication 1, les étapes de
5 procédé ci-dessous, consistant à :

- b) séparer la suspension S retirée de l'espace secondaire de l'échangeur de chaleur en un produit cristallisé du produit cible X et en une phase
10 résiduelle liquide R,
- c) fondre au moins partiellement le produit cristallisé du produit cible X séparé et
- d) recycler au moins partiellement le produit cristallisé fondu du produit
15 cible X vers l'étape b) et/ou vers l'étape de procédé de séparation en continu du produit cible X selon la revendication 1.

27.- Procédé selon l'un quelconque des modes
20 de réalisation 1 à 26, caractérisé en ce que l'échangeur de chaleur est un cristalliseur à disques de refroidissement.

28.- Procédé selon l'un quelconque des modes de réalisation 1 à 27, caractérisé en ce que
25 l'échangeur de chaleur est un échangeur de chaleur à raclage.

29.- Procédé selon l'un quelconque des modes de réalisation 1 à 28, caractérisé en ce qu'un procédé de séparation en continu du produit cristallisé
30 finement réparti, contenu dans la suspension S, du produit cible X s'ensuit, dans lequel

- la suspension S est amenée à une colonne de lavage, qui présente une paroi de

colonne de lavage, qui entoure un espace de procédé,

- 5 - une phase résiduelle liquide R issue de l'espace de procédé est émise grâce à des dispositifs de filtration, avec rétention du produit cristallisé contenu dans la suspension S et avec formation d'un lit de produit cristallisé dans l'espace de procédé à partir de la
10 suspension S amenée dans l'espace de procédé,
- le lit de produit cristallisé est transporté dans l'espace de procédé,
- au moins une force différente de la
15 gravitation agit dans l'espace de procédé dans la direction de transport du lit de produit cristallisé, qui transporte le lit de produit cristallisé dans l'espace de procédé,
- 20 - une fusion pure, constituée du produit cristallisé fondu et préalablement séparé par ce procédé de colonne de lavage est amenée à contre-courant au lit de produit cristallisé dans l'espace
25 de procédé, de sorte qu'un front de lavage se forme dans le lit de produit cristallisé, qui divise le lit de produit cristallisé en une zone d'eau mère et en une zone de fusion pure, et
30 - du produit cristallisé lavé en continu dans la colonne de lavage est évacué sous une forme solide et/ou fondue au niveau de l'extrémité, opposée à

l'arrivée de la suspension S, de la colonne de lavage.

30.- Procédé selon le mode de réalisation 29, caractérisé en ce que le produit cible X est de l'acide acrylique et un autre procédé s'ensuit, dans lequel du produit cristallisé d'acide acrylique séparé et fondu est soumis à une polymérisation avec lui-même ou avec d'autres composés au moins une fois éthyléniquement insaturés.

31.- Procédé de préparation d'un produit cible X, caractérisé en ce qu'il inclut un procédé selon l'une quelconque des revendications 1 à 29.

Exemple et Exemple de comparaison

I. On met en service en parallèle deux cristallisoirs à disques de refroidissement agités et essuyés de conception semblable, du type décrit dans "Research Disclosure Database" Numéro 496 005 (publié en août 2005). Il s'agit d'une cuvette, dans laquelle 24 plaques de refroidissement circulaires (disques de refroidissement) essuyés sont agencés par accrochage à un intervalle équidistant de 30 ± 1 cm les unes derrière les autres. Le diamètre de plaque est de 3,3 m. L'épaisseur de plaque se situe vers 5,2 cm. Pour chacun des deux cristallisoirs, on utilise en tant qu'agent de refroidissement un mélange constitué de 60 % en poids d'eau et de 30 % en poids de glycol. L'agent de

refroidissement est amené à travers le cristalliseur dans le cristalliseur respectif à contre-courant de la phase liquide P amenée au cristalliseur et on le fait passer en outre d'un disque de refroidissement au disque de refroidissement situé après le suivant. C'est-à-dire que l'agent de refroidissement est amené pour chacun des deux cristalliseurs de manière partagée sous la forme de deux courants parallèles de même taille sur les plaques de refroidissement du cristalliseur respectif. Une moitié de courant partiel est amenée au travers des plaques de refroidissement à numéro pair, l'autre moitié de courant partiel est menée au travers des plaques de refroidissement à numéro impair (chiffage des disques de refroidissement commençant par 1 dans le sens de courant de l'agent de refroidissement). Les surfaces de refroidissement sont fabriquées en acier inoxydable matériau DIN 1.4541). L'épaisseur de paroi des surfaces de refroidissement en acier inoxydable est de 4 mm. La vitesse de rotation des balais est de 5 à 6 rotations par minute. L'arbre entraînant les balais, guidé de manière centrée grâce au disque de refroidissement, est étanchéifié par des conditionnements de presse-étoupes avec chasse de l'eau

(cordon de conditionnement en Téflon ;
quantité de chasse = quelques litres
par heure à quelques 10 l/h pour
chaque joint). Sur le pourtour de
5 chaque disque de refroidissement, où
l'on ne peut essuyer, est installé un
profilé creux (un tube soudé ;
(matériau : acier inoxydable matériau
DIN 1.4541), épaisseur de
10 paroi = 3,6 mm). Le profilé creux des
disques de refroidissement individuels
d'un cristalliseur est parcouru, pour
le besoin du traçage de celui-ci, de
manière parallèle par un agent de
15 chauffage liquide, qui est composé
également de 70 % en poids d'eau et de
30 % en poids de glycol.
Les balais sont segmentés en direction
radiale (4 segments).
20 La force de pression spécifique des
balais s'exerce, à l'état assemblé,
perpendiculairement à la surface de
refroidissement avec environ 4 N par
centimètre de longueur active de bord
25 de balais. En tant que matériau de
balais, on utilise Multilene® PE 1000.
En plus des balais, l'arbre entraîne
des palettes (entre deux disques de
refroidissement et avant le premier et
30 le dernier disques de refroidissement,
respectivement en un agencement
symétrique) qui provoque un brassage
amélioré. Dans la partie arrière, en

direction de transport de la
suspension de produit cristallisé, du
cristallisateur respectif (derrière le
dernier disque de refroidissement) la
5 suspension (de produit cristallisé) S
formée dans le cristallisateur
individuel coule respectivement par-
dessus un barrage de trop-plein dans
un réservoir tampon (en acier
10 inoxydable, matériau DIN N° 1.4541 ou
1.4571) agité par un agitateur
hélicoïdal, depuis lequel deux
colonnes de lavage hydraulique de
fusion de même conception sont
15 alimentées en parallèle avec une
suspension S prélevée dans le
réservoir tampon (après séparation du
débit massique, prélevé dans le
réservoir tampon, de suspension S
20 entre les deux colonnes de lavage fait
suite, respectivement encore avant
l'entrée dans la colonne de lavage
respective, la traversée d'un
débitmètre de Coriolis à des fins de
25 détermination du degré de
cristallisation Y par l'intermédiaire
de la densité massique du débit
massique partiel respectif) afin de
séparer ceux-ci en une phase
30 résiduelle R et un produit
cristallisé. La séparation dans la
colonne de lavage de fusion a lieu
comme décrit dans les documents
EP-A 1 272 453, EP-A 1 448 283,

WO 2006/111 565, WO 03/041 833,
EP-A 1 305 097, DE-A 10 156 016,
DE-A 10 2005 018 702, EP-A 10 223 058
et la demande allemande portant la
5 référence 10 2007 004 960.0. Le
diamètre intérieur des colonnes de
lavage individuelles est de 1,4 m.
L'alimentation des colonnes de lavage
avec de la suspension de produit
10 cristallisé a lieu respectivement
grâce à une pompe centrifuge (de type
non engorgeable), le contrôle des
quantités ayant lieu par
l'intermédiaire d'une régulation de
15 vitesse de rotation des pompes. La
phase résiduelle liquide R séparée
dans les colonnes de lavage est
recyclée par l'intermédiaire d'un
récipient tampon, comme décrit sur la
20 figure 5 du document WO 01/77 056 ou
comme décrit dans la demande allemande
N° 10 2007 004 960.0, dans la
condensation fractionnante co-utilisée
pour la préparation de la phase
25 liquide P contenant l'acide acrylique
en tant que produit cible.
La capacité de remplissage
stationnaire du réservoir tampon en
suspension de produit cristallisé S
30 est de 16 m³.
Chacun des deux cristallisoirs
présente une couverture formant toit
(acier inoxydable (matériau
DIN 1.4541)) et est fermé pour contrer

une arrivée d'air environnant. Les colonnes de lavage fabriquées également en acier inoxydable (matériau DIN 1.4541, épaisseur de paroi 10 mm) mais aussi les cristallisoirs et le réservoir tampon sont séparés thermiquement et rendus étanches à la vapeur d'eau (cf. par exemple DE-A 10 2007 032 633) grâce à des feuilles d'alu-butyle, collées sur leur styropore installé de manière à envelopper l'acier inoxydable, de la société WeGo Systembaustoffe, Niederlassung VTI à Ludwigshafen/Rhein 67014.

Les colonnes de lavage, le réservoir tampon et les cristallisoirs sont mis à l'abri dans une enceinte commune. La température de l'air dans l'enceinte commune est comprise entre 25°C et 28°C. Le transport de substance en provenance des cristallisoirs dans le réservoir tampon et à partir de celui-ci dans la colonne de lavage a lieu également en le fermant à l'air environnant, ainsi qu'en l'isolant de la chaleur et en le rendant étanche à la vapeur d'eau. Le degré de cristallisation Y est ajusté de manière indépendante à 0,28 pour chacun des deux cristallisoirs fonctionnant en parallèle. Dans les deux cas, on s'oppose à un écart de

réglage grâce à une augmentation ou une diminution du T_K^{ein} respectif.

On considère comme acquis un état de fonctionnement I des deux cristallisoirs, qui est caractérisé par les conditions suivantes :

Produit cible X = acide acrylique

Une phase P (I) amenée au cristallisoir correspond à un acide acrylique brut, qui provient d'une condensation fractionnante d'un mélange de gaz de production d'une oxydation partielle en phase gazeuse catalysée de manière hétérogène en deux étapes de propylène de qualité chimique pour donner de l'acide acrylique. Sa teneur en acide acrylique est de 94,44 % en poids. M_B^{ges} (I) est de 0,1483.

La température d'entrée T_K^{ein} (I) de l'agent de refroidissement dans le secteur d'espace primaire du cristallisoir respectif est d'environ 2,1°C.

La température de sortie T_K^{aus} (I) de l'agent de refroidissement provenant du secteur d'espace primaire du cristallisoir respectif est d'environ 4,7°C.

Le débit massique $\dot{m}_K$ (I) d'agent de refroidissement amené à l'espace primaire du cristallisoir respectif est d'environ 208 t/h.

5 La température d'entrée T_H^{ein} (I) de l'agent chauffant dans le profilé creux respectif des disques de refroidissement du cristalliseur respectif est d'environ 12°C.

10 La température de sortie T_H^{aus} (I) de l'agent chauffant en provenance du profilé creux respectif des disques de refroidissement du cristalliseur respectif est d'environ 10,4°C.

15 La totalité du débit massique $\dot{m}_H$ (I) d'agent chauffant amené aux profilés creux des disques de refroidissement du cristalliseur respectif est d'environ 43 t/h.

20 La température d'entrée T_P^{ein} (I) de la phase liquide P (I) dans l'espace secondaire respectif est d'environ 14°C.

La température de la suspension S (I) lors de son prélèvement en provenance de l'espace secondaire respectif, T_S^{aus} (I), est d'environ 7,0°C.

25 La teneur en acide acrylique de la phase résiduelle liquide R dans la suspension S (I) prélevée dans l'espace secondaire est de 92,34 % en poids.

30 L'intensité du débit massique de m_p (I), avec laquelle la phase liquide P (I) est amenée à l'espace secondaire du cristalliseur respectif et la suspension S est sortie de l'espace

secondaire du cristalliseur respectif, est d'environ 26,4 t/h. Il en résulte un $\dot{m}_x$ (I) d'environ 24,9 t/h pour chaque espace secondaire.

5 Les balais sont en mesure de préserver du produit cristallisé les surfaces de disques de refroidissement du cristalliseur à disques de refroidissement respectif sans effort
10 dans l'état de fonctionnement I sur une durée de fonctionnement de 15 h.

II. Dans l'état de fonctionnement (II), une intensité de débit massique $\dot{m}_p$ (II) augmentée est amenée à l'espace
15 secondaire du cristalliseur respectif. Grâce à l'addition d'eau corrosive prélevée dans la condensation fractionnante (elle contient 10,8 % en poids d'acide acrylique, 79,5 % en
20 poids d'eau, 6,4 % en poids d'acide acétique et 2,47 % en poids de formaldéhyde) à la phase liquide P, on augmente M_B^{ges} dans l'état de fonctionnement II à la valeur de M_B^{ges}
25 (II) = 0,1724. La teneur en acide acrylique de la phase liquide P (II) est ainsi de 93,73 % en poids.

L'intensité de débit massique $\dot{m}_p$ (II), à laquelle la phase liquide P (II) est
30 amenée à l'espace secondaire du cristalliseur respectif est d'environ 33 t/h. Il en résulte un $\dot{m}_x$ (II)

d'environ 31 t/h pour chaque espace secondaire.

5 Pour maintenir le degré de cristallisation Y de la suspension S prélevée dans l'espace secondaire respectif à 0,28, on doit abaisser T_K^{ein} jusqu'à la valeur T_K^{ein} (II) d'environ $-0,3^{\circ}\text{C}$ dans les deux cristallisoirs, sans modifier le
10 refroidissement. T_K^{aus} (II) se situe vers environ $3,0^{\circ}\text{C}$. Le traçage est maintenu sans modification avec une T_H^{ein} (II) d'environ 12°C . T_H^{aus} (II) est d'environ 10°C . La teneur en acide
15 acrylique de la phase résiduelle liquide R dans la suspension S (II) prélevée dans l'espace secondaire est d'environ 91,34 % en poids.

20 Les balais sont en mesure de préserver du produit cristallisé les surfaces des disques de refroidissement du cristallisoir à disques de refroidissement respectif sans effort dans l'état de fonctionnement II sur
25 une durée de fonctionnement de 15 heures.

III. Dans l'état de fonctionnement de comparaison (V), une intensité de débit massique $\dot{m}_p$ (V) d'environ
30 32,5 t/h d'une phase liquide P essentiellement identique à l'état de fonctionnement I est amenée à l'espace secondaire du cristallisoir respectif.

$\dot{m}_x$ (V) est ainsi d'environ 30,7 t/h pour chaque espace secondaire.

5 Pour maintenir le degré de cristallisation Y de la suspension S prélevée dans l'espace secondaire respectif à 0,28, on doit ajuster T_K^{ein} dans les deux cristallisoirs sans modification du refroidissement à la valeur T_K^{ein} (V) d'environ 0,6°C. T_K^{aus} (V) se situe vers environ 3,8°C. Le traçage est maintenu sans modification avec une T_H^{ein} (V) de 12°C. T_H^{aus} (V) est d'environ 10°C. La teneur en acide acrylique de la phase résiduelle

10 liquide R dans la suspension S (V) prélevée dans l'espace secondaire est de 92,3 % en poids.

Après une durée de fonctionnement de 15 heures dans l'état de

20 fonctionnement de comparaison (V), plusieurs disques de refroidissement des deux cristallisoirs sont recouverts d'une incrustation de produit cristallisé tenace épais

25 d'environ 1 à 2 cm, qui ne peut plus être éliminée par les balais.

La demande de Brevet Provisoire US N° 60/972 023, déposé le 13 septembre 2007, est ajouté à la présente demande en tant qu'information sur la

30 littérature existante. Eu égard aux informations mentionnées ci-dessus, de multiples modifications et variantes de la présente invention sont possibles. C'est pourquoi l'on peut partir du principe que la

présente invention, dans le cadre des revendications en annexe, peut être réalisée d'une manière différente de celle spécifiquement décrite ici.

REVENDECATIONS

1.- Procédé de mise en oeuvre d'une séparation en continu d'un produit cible X sous la forme d'un produit cristallisé finement réparti du produit cible X à partir d'une phase liquide P
5 constituée du produit cible X ainsi que de constituants B_i différents du produit cible X, dont la fraction molaire totale en constituant B_i présente la valeur M_B^{ges} , à l'aide d'un échangeur de chaleur indirect présentant un espace secondaire et au moins
10 un espace primaire, dans lequel l'espace secondaire et le au moins un espace primaire sont séparés spatialement l'un de l'autre respectivement par au moins une cloison matérielle, qui sert de surface pour le transfert de chaleur de l'espace secondaire au
15 moins un espace primaire, dans lequel un courant de phase liquide P, et un débit massique $\dot{m}_x$ de produit cible X en tant que constituant de celui-ci, est introduit dans l'espace secondaire de l'échangeur de chaleur, tandis que le au moins un espace primaire est
20 parcouru simultanément par au moins un milieu de refroidissement fluide, qui est amené au au moins un espace primaire à la température T_K^{ein} , de sorte que dans l'espace secondaire se forme à partir de la phase liquide P, avec subsistance d'une phase résiduelle
25 liquide R, du produit cristallisé finement réparti du produit cible X, qui est mis en suspension dans la

phase résiduelle liquide R subsistante, qui contient, en comparaison avec la phase liquide P, de manière enrichie les constituants différents du produit cible X et dont la teneur en produit cible X est d'au moins 70 %, avec obtention d'une suspension S présentant un degré de produit cristallisation Y, du produit cristallisé finement réparti du produit cible X dans la phase résiduelle liquide R, un courant de la suspension S est retiré en continu de l'espace secondaire de l'échangeur de chaleur, dans des états de fonctionnement I et II différents l'un de l'autre, où, dans l'état de fonctionnement I, le au moins un milieu de refroidissement fluide de température T_K^{ein} (I) est amené au au moins un espace primaire et le courant de phase liquide P ayant un débit massique $\dot{m}_x$ (I), contenu dans ce même courant, de produit cible X est amené à l'espace secondaire, et, dans l'état de fonctionnement II, le au moins un milieu de refroidissement fluide de température T_K^{ein} (II) est amené au au moins un espace primaire et le courant de phase liquide P de débit massique $\dot{m}_x$ (II), contenu dans le même courant, de produit cible X étant amené à l'espace secondaire, sous réserve que $\dot{m}_x$ (II) > $\dot{m}_x$ (I) et T_K^{ein} (II) < T_K^{ein} (I), caractérisé en ce que la fraction molaire totale M_B^{ges} de constituants différents du produit cible X dans la phase liquide P amenée à l'espace secondaire dans l'état de fonctionnement I est supérieure à ce qu'elle est dans l'état de fonctionnement II.

2.- Procédé selon la revendication 1, caractérisé en ce que le degré de produit cristallisation Y dans l'état de fonctionnement I et dans l'état de fonctionnement II est de 0,10 à 0,50.

3.- Procédé selon la revendication 1, caractérisé en ce que le degré de produit cristallisation Y dans l'état de fonctionnement I et dans l'état de fonctionnement II est de 0,20 à 0,40.

5 4.- Procédé selon la revendication 1, caractérisé en ce que le degré de produit cristallisation Y dans l'état de fonctionnement I et dans l'état de fonctionnement II est de 0,25 à 0,35.

10 5.- Procédé selon l'une quelconque des revendications 1 à 4, caractérisé en ce que la différence entre $\dot{m}_x$ (I) et $\dot{m}_x$ (II) est d'au moins 5 %, par rapport à la moyenne arithmétique de $\dot{m}_x$ (I) et de $\dot{m}_x$ (II).

15 6.- Procédé selon l'une quelconque des revendications 1 à 4, caractérisé en ce que la différence entre $\dot{m}_x$ (I) et $\dot{m}_x$ (II) est d'au moins 20 %, par rapport à la moyenne arithmétique de $\dot{m}_x$ (I) et $\dot{m}_x$ (II).

20 7.- Procédé selon l'une quelconque des revendications 1 à 4, caractérisé en ce que la différence entre $\dot{m}_x$ (I) et $\dot{m}_x$ (II) est d'au moins 50 %, par rapport à la moyenne arithmétique de $\dot{m}_x$ (I) et $\dot{m}_x$ (II).

25 8.- Procédé selon l'une quelconque des revendications 1 à 7, caractérisé en ce que le degré de produit cristallisation Y dans l'état de fonctionnement I, Y (I), et le degré de produit cristallisation Y dans l'état de fonctionnement II, Y (II) ne s'écarte pas de plus de 20 % l'un de l'autre,
30 par rapport à la moyenne arithmétique de Y (I) et de Y (II).

9.- Procédé selon l'une quelconque des revendications 1 à 8, caractérisé en ce que la différence entre T_K^{ein} (II) et T_K^{ein} (I) est de 0,1 à 30 K.

5 10.- Procédé selon l'une quelconque des revendications 1 à 8, caractérisé en ce que la différence entre T_K^{ein} (II) et T_K^{ein} (I) est d'au moins 0,3 K.

10 11.- Procédé selon l'une quelconque des revendications 1 à 8, caractérisé en ce que la différence entre T_K^{ein} (II) et T_K^{ein} (I) est d'au moins 0,5 K.

15 12.- Procédé selon l'une quelconque des revendications 1 à 11, caractérisé en ce que la teneur en produit cible X de la phase résiduelle liquide R contenue dans la suspension S prélevée dans l'espace secondaire est ≥ 80 % en poids dans les deux états de fonctionnement I, II.

20 13.- Procédé selon l'une quelconque des revendications 1 à 11, caractérisé en ce que la teneur en produit cible X de la phase résiduelle liquide R contenue dans la suspension S prélevée dans l'espace secondaire est ≥ 90 % en poids dans les deux états de fonctionnement I, II.

25 14.- Procédé selon l'une quelconque des revendications 1 à 13, caractérisé en ce que le produit cible X est de l'acide acrylique, de l'acide méthacrylique, du p-xylène ou de la N-vinylpyrrolidone.

30 15.- Procédé selon l'une quelconque des revendications 1 à 14, caractérisé en ce que, dans l'état de fonctionnement II, le nombre molaire total, contenu dans la phase liquide P amenée à l'espace

secondaire, de constituants B_i dont le poids moléculaire est inférieur au triple du poids moléculaire du produit cible X, divisé par le nombre molaire total de tous les constituants contenus dans
5 cette même phase liquide P, est supérieur au nombre molaire total, contenu dans la phase liquide P amenée à l'espace secondaire dans l'état de fonctionnement I, de constituants B_i dont le poids moléculaire est inférieur au triple du poids moléculaire du produit
10 cible X, divisé par le nombre molaire total de tous les constituants contenus dans cette même phase liquide P.

16.- Procédé selon l'une quelconque des revendications 1 à 14, caractérisé en ce que, dans
15 l'état de fonctionnement II, le nombre molaire total, contenu dans la phase liquide P amenée à l'espace secondaire, des constituants B_i dans l'état dont le poids moléculaire est inférieur au double du poids moléculaire du produit cible X, divisé par le nombre
20 molaire total de tous les constituants contenus dans cette même phase liquide P, est supérieur au nombre molaire total, contenu dans la phase liquide P amenée à l'espace secondaire dans l'état de fonctionnement I, de constituants B_i dont le poids moléculaire est
25 inférieur au double du poids moléculaire du produit cible X, divisé par le nombre molaire total de tous les constituants contenus dans cette même phase liquide P.

17.- Procédé selon l'une quelconque des revendications 1 à 14, caractérisé en ce que, dans
30 l'état de fonctionnement II, le nombre molaire total, contenu dans la phase liquide P amenée à l'espace secondaire, des constituants B_i , dont le poids moléculaire est inférieur au simple du poids

moléculaire du produit cible X, divisé par le nombre molaire total de tous les constituants contenus dans cette même phase liquide P est supérieur au nombre molaire total, contenu dans la phase liquide P amenée à l'espace secondaire dans l'état de fonctionnement I, de constituants B_i dont le poids moléculaire est inférieur au simple du poids moléculaire du produit cible X, divisé par le nombre molaire total de tous les constituants contenus dans cette même phase liquide P.

18.- Procédé selon l'une quelconque des revendications 1 à 14, caractérisé en ce que, dans l'état de fonctionnement II, la fraction molaire de H_2O contenue dans la phase liquide P amenée à l'espace secondaire est supérieur à la fraction molaire de H_2O contenue dans la phase liquide P amenée dans l'état de fonctionnement I à l'espace secondaire.

19.- Procédé selon l'une quelconque des revendications 1 à 18, caractérisé en ce que le produit cible X est de l'acide acrylique, qui provient d'un procédé de préparation d'acide acrylique qui comporte un procédé d'oxydation partielle en phase gazeuse catalysée de manière hétérogène d'un composé précurseur C_3 pour donner un mélange de gaz de production contenant de l'acide acrylique et une isolation consécutive de l'acide acrylique à partir de ce mélange de gaz de production, et est co-utilisé pour l'ajustement de M_B^{ges} dans la phase liquide P amenée à l'espace secondaire, issue, dans l'état de fonctionnement II, de la solution aqueuse contenant de l'acide acrylique, prélevée dans le procédé de préparation d'acide acrylique, dont la teneur en eau est d'au moins 60 % en poids.

20.- Procédé selon l'une quelconque des revendications 1 à 19, caractérisé en ce que le produit cible X est de l'acide acrylique, qui provient d'un procédé de préparation d'acide acrylique qui
5 comporte un procédé d'oxydation partielle en phase gazeuse catalysée de manière hétérogène d'un composé précurseur C₃ pour donner un mélange de gaz de production contenant de l'acide acrylique et une séparation consécutive de l'acide acrylique à partir
10 de ce mélange de gaz de production, et est co-utilisé pour l'ajustement de M_B^{ges}, dans la phase liquide P amenée à l'espace secondaire, issue, l'état de fonctionnement I, de la solution aqueuse contenant de l'acide acrylique prélevée dans le procédé de
15 préparation d'acide acrylique prélevée, dont la teneur en eau est d'au moins 80 % en poids.

21.- Procédé selon l'une quelconque des revendications 1 à 20, caractérisé en ce que le produit cible X est de l'acide acrylique, qui provient
20 d'un procédé de préparation d'acide acrylique qui comporte un procédé d'oxydation partielle en phase gazeuse catalysée de manière hétérogène d'un composé précurseur C₃ pour donner un mélange de gaz de production contenant de l'acide acrylique et une
25 séparation d'acide acrylique à partir de ce mélange de gaz de production grâce à une absorption et/ou condensation fractionnante.

22.- Procédé selon la revendication 21, caractérisé en ce qu'un procédé de séparation de la
30 suspension S en un produit cristallisé, contenu dedans, du produit cible X et en une phase résiduelle liquide R, contenue dedans, s'ensuit, et au moins une quantité partielle de la phase résiduelle liquide R

est recyclée dans l'absorption et/ou condensation fractionnante.

23.- Procédé selon l'une quelconque des revendications 1 à 22, caractérisé en ce que le produit cible X est de l'acide acrylique et la phase liquide P dans les deux états de fonctionnement I, II présente les teneurs ci-dessous :

	> 70 % en poids	acide acrylique,
	jusqu'à 15 % en poids	acide acétique,
10	jusqu'à 5 % en poids	acide propionique,
	jusqu'à 5 % en poids	aldéhydes à bas poids moléculaire,
	jusqu'à 3 % en poids	inhibiteurs de polymérisation
15	0 à 5 % en poids	acide diacrylique, et
	jusqu'à 20 % en poids	eau.

24.- Procédé selon l'une quelconque des revendications 1 à 23, caractérisé en ce que l'état de fonctionnement I se situe temporellement avant l'état de fonctionnement II et l'augmentation de M_B^{ges} (I) jusqu'à M_B^{ges} (II) a lieu préalablement à l'augmentation de $\dot{m}_x$ (I) et $\dot{m}_x$ (II), lors du passage de l'état de fonctionnement I à l'état de fonctionnement II.

25.- Procédé selon l'une quelconque des revendications 1 à 23, caractérisé en ce que l'état de fonctionnement II se situe temporellement avant l'état de fonctionnement I et la baisse de $\dot{m}_x$ (II) jusqu'à $\dot{m}_x$ (I) a lieu préalablement à la baisse de m_B^{ges} (II) jusqu'à m_B^{ges} (I), lors du passage de l'état de fonctionnement II à l'état de fonctionnement I.

26.- Procédé selon l'une quelconque des revendications 1 à 25, caractérisé en ce qu'il comporte, de manière supplémentaire à l'étape de procédé selon la revendication 1, les étapes de
5 procédé ci-dessous, consistant à :

- 10 b) séparer la suspension S retirée de l'espace secondaire de l'échangeur de chaleur en un produit cristallisé du produit cible X et en une phase résiduelle liquide R,
- c) fondre au moins partiellement le produit cristallisé du produit cible X séparé et
- 15 d) recycler au moins partiellement le produit cristallisé fondu du produit cible X vers l'étape b) et/ou vers l'étape de procédé de séparation en continu du produit cible X selon la revendication 1.

27.- Procédé selon l'une quelconque des
20 revendications 1 à 26, caractérisé en ce que l'échangeur de chaleur est un cristalliseur à disques de refroidissement.

28.- Procédé selon l'une quelconque des revendications 1 à 27, caractérisé en ce que
25 l'échangeur de chaleur est un échangeur de chaleur à raclage.

29.- Procédé selon l'une quelconque des revendications 1 à 28, caractérisé en ce qu'un procédé de séparation en continu du produit cristallisé
30 finement réparti, contenu dans la suspension S, du produit cible X s'ensuit, dans lequel

- la suspension S est amenée à une colonne de lavage, qui présente une paroi de

colonne de lavage, qui entoure un espace de procédé,

- 5 - une phase résiduelle liquide R issue de l'espace de procédé est émise grâce à des dispositifs de filtration, avec rétention du produit cristallisé contenu dans la suspension S et avec formation d'un lit de produit cristallisé dans l'espace de procédé à partir de la
10 suspension S amenée dans l'espace de procédé,
- le lit de produit cristallisé est transporté dans l'espace de procédé,
- au moins une force différente de la
15 gravitation agit dans l'espace de procédé dans la direction de transport du lit de produit cristallisé, qui transporte le lit de produit cristallisé dans l'espace de procédé,
- 20 - une fusion pure, constituée du produit cristallisé fondu et préalablement séparé par ce procédé de colonne de lavage est amenée à contre-courant au lit de produit cristallisé dans l'espace
25 de procédé, de sorte qu'un front de lavage se forme dans le lit de produit cristallisé, qui divise le lit de produit cristallisé en une zone d'eau mère et en une zone de fusion pure, et
30 - du produit cristallisé lavé en continu dans la colonne de lavage est évacué sous une forme solide et/ou fondue au niveau de l'extrémité, opposée à

l'arrivée de la suspension S, de la
colonne de lavage.

30.- Procédé selon la revendication 29,
caractérisé en ce que le produit cible X est de
5 l'acide acrylique et un autre procédé s'ensuit, dans
lequel du produit cristallisé d'acide acrylique séparé
et fondu est soumis à une polymérisation avec lui-même
ou avec d'autres composés au moins une fois
éthyléniquement insaturés.

10 31.- Procédé de préparation d'un produit
cible X, caractérisé en ce qu'il inclut un procédé
selon l'une quelconque des revendications 1 à 29.

Abrégé

5 **Procédé pour la mise en oeuvre d'une séparation en**
 continu d'un produit cible X sous la forme d'un
 produit cristallisé finement repartitionné du produit
 cible X

10 Procédé de mise en oeuvre d'une séparation
 en continu d'un produit cible X sous la forme d'un
 produit cristallisé finement réparti à partir d'une
 phase liquide P contenant le produit cible X et des
 constituants différents du produit cible X grâce à une
15 produit cristallisation en suspension par
 refroidissement dans l'espace secondaire, contre
 lequel s'écoule en continu la phase liquide P, d'un
 échangeur indirect de chaleur avec traversée
 simultanée en continu de l'espace primaire de
20 l'échangeur indirect de chaleur par un agent
 réfrigérant ainsi que prélèvement en continu d'une
 suspension de produit cristallisation S présentant un
 degré de produit cristallisation Y à partir de
 l'espace secondaire dans deux états de fonctionnement
25 I et II, la température de l'agent réfrigérant dans
 l'état de fonctionnement I, étant inférieure à ce
 qu'elle est dans l'état de fonctionnement II,
 l'intensité de débit massique de la phase liquide P
 étant supérieure à ce qu'elle est dans l'état de
30 fonctionnement II et la part molaire des constituants
 différents du produit cible X dans la phase liquide P
 étant supérieure à ce qu'elle est dans l'état de
 fonctionnement II.



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

Numero de la demande
nationale

BO 9564
BE 200800501

DOCUMENTS CONSIDERES COMME PERTINENTS			
Catégorie	Citation du document avec indication, en cas de besoin, des parties pertinentes	Revendication concernée	CLASSEMENT DE LA DEMANDE (IPC)
A,D	DE 103 32 758 A1 (BASF AG [DE]) 27 mai 2004 (2004-05-27) * le document en entier *	1-31	INV. B01D9/00 C07C51/00
A	US 2004/005255 A1 (GREEN DANIEL ALBERT [US]) 8 janvier 2004 (2004-01-08) * exemple 4 *	1	
A	DE 36 15 776 A1 (SANTRADE LTD [CH]) 12 novembre 1987 (1987-11-12) * page 9, dernier alinéa - page 10, ligne 9; figure 1 *	1	
A	EP 0 614 688 A1 (CIBA GEIGY AG [CH] CIBA GEIGY [CH]) 14 septembre 1994 (1994-09-14) * colonne 5, ligne 39-45 *	1	
A	GB 742 891 A (EWALD ARNO ZDANSKY) 4 janvier 1956 (1956-01-04) * page 2, ligne 108-118 *	1	
A	FR 2 706 440 A1 (SOLVAY [BE]) 23 décembre 1994 (1994-12-23) * page 3, ligne 22-30 *	1	DOMAINES TECHNIQUES RECHERCHES (IPC) B01D C07C
Date d'achèvement de la recherche		Examineur	
10 août 2010		Haderlein, Andreas	
CATEGORIE DES DOCUMENTS CITES X : particulièrement pertinent à lui seul Y : particulièrement pertinent en combinaison avec un autre document de la même catégorie A : arrière-plan technologique O : divulgation non-écrite P : document intercalaire T : théorie ou principe à la base de l'invention E : document de brevet antérieur, mais publié à la date de dépôt ou après cette date D : cité dans la demande L : cité pour d'autres raisons & : membre de la même famille, document correspondant			

**ANNEXE AU RAPPORT DE RECHERCHE
RELATIF A LA DEMANDE DE BREVET BELGE NO.**

BO 9564
BE 200800501

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

10-08-2010

Document brevet cité au rapport de recherche		Date de publication	Membre(s) de la famille de brevet(s)	Date de publication
DE 10332758	A1	27-05-2004	AUCUN	
US 2004005255	A1	08-01-2004	AUCUN	
DE 3615776	A1	12-11-1987	CA 1319096 C	15-06-1993
			EP 0247348 A2	02-12-1987
			JP 2035757 C	28-03-1996
			JP 7057283 B	21-06-1995
			JP 62273005 A	27-11-1987
EP 0614688	A1	14-09-1994	BR 9400788 A	08-11-1994
			CN 1099668 A	08-03-1995
			DE 59306742 D1	17-07-1997
			JP 6296803 A	25-10-1994
			SK 24794 A3	09-11-1994
			US 5423288 A	13-06-1995
GB 742891	A	04-01-1956	BE 519590 A	
			CH 308885 A	15-08-1955
			FR 1078729 A	23-11-1954
FR 2706440	A1	23-12-1994	AUCUN	

Concernant le point VIII

Observations relatives à la demande

1 Clarté des revendications/interprétation des revendications

- 1.1 Selon la description, page 13, le problème à la base de la demande présente réside dans le fait que lorsque l'on passe d'un état de fonctionnement (I) à un état de fonctionnement (II), il y a la tendance à la formation d'incrustations. Autrement dit, lorsque l'on abaisse la température T_K^{ein} tout en augmentant le débit massique m_x , des incrustations risquent de se former à la paroi séparant les espaces primaire et secondaire. La solution proposée par la présente demande est de diluer le courant de phase liquide P (qui doit nécessairement être augmenté pour avoir m_x augmenté) afin d'obtenir une fraction M_B^{ges} plus élevée (voir aussi page 16, lignes 17 et suiv.).

Or, la revendication 1 est rédigée de telle manière qu'elle couvre aussi des mises en oeuvre où l'on passe seulement de l'état (II) à l'état (I). Dans ce cas, il n'y a pas de risque d'incrustations puisque la température T_K^{ein} est augmentée et non pas diminuée. Il s'ensuit que la revendication 1 couvre également des mises en oeuvre dans lesquelles le problème que se propose de résoudre la présente demande n'est pas résolu. Il en résulte un manque de clarté et un manque de support dans la description.

Par ailleurs, il semble qu'une erreur évidente s'est glissée dans la revendications : selon la description M_B^{ges} à l'état (II) doit être supérieur à son valeur à l'état (I) tandis que la partie caractérisante indique exactement le contraire de ceci (cf. page 16, lignes 18 et suiv., page 19, lignes 1 et suiv. etc.).

- 1.2 L'analyse quant à la brevetabilité qui suit est basée sur l'hypothèse que les éléments essentiels sus-mentionnés, c.à.d. passage de l'état (I) à l'état (II) tout en augmentant de manière ciblée la fraction molaire totale des constituants B_i différents du produit X (page 16, lignes 26 et suiv.), soient incorporés à la revendication 1 et que l'erreur évidente sus-mentionnée soit corrigée.

Concernant le point V

Déclaration motivée quant à la nouveauté, l'activité inventive et la possibilité d'application industrielle; citations et explications à l'appui de cette déclaration

1 Nouveauté et activité inventive

- 1.1 Le document **DE 103 32 758 A1 (D1)**, cité dans la demande, décrit un procédé selon le préambule de la revendication 1, c.à.d. un procédé de cristallisation par refroidissement indirect dans lequel on passe d'un état (I) initial à un état (II) ayant un débit massique de produit X augmenté et une température du milieu de refroidissement fluide abaissée (débit massique de produit X à cristalliser $m_{X,(II)} > m_{X,(I)}$, température du milieu de refroidissement fluide à l'entrée $T_{k, \text{ein}}^{(II)} < T_{k, \text{ein}}^{(I)}$). Le procédé selon la revendication 1 s'en distingue en ce que l'on augmente de manière ciblée la fraction molaire totale des constituants différents du produit cible X dans la phase liquide amenée au cristallisateur.
- 1.2 Tel que mentionnée plus haut, ceci permet de combattre la tendance à l'incrustation augmentée sur la face tournée vers l'espace secondaire de la paroi séparant l'espace secondaire de cristallisation de l'espace primaire de l'agent de refroidissement.
- 1.3 Pour éviter la formation d'incrustations, il est commun de chauffer des paroi d'un récipient contenant une suspension de cristaux, voir par exemple **DE 36 15 776 A1 (D1)**, page 9, dernier alinéa et suiv., et **EP 0 614 688 A1 (D3)**, col. 5, lignes 39 et suiv. Le document **US 2004/005255 A1 (D4)** enseigne la dilution d'un débit de suspension contenant des germes de cristaux afin de contrôler la sursaturation (voir l'exemple 4). En effet, dans D4 l'on utilise la dilution afin de déterminer si le degré de sursaturation a une influence sur la qualité et la taille des particules. D4 ne donne donc ni explicitement ni implicitement une indication pour l'homme du métier de résoudre le problème sus-mentionné par les éléments proposés par la présente demande. Il en résulte la présence d'une activité inventive.

2 Applicabilité industrielle

Les possibilités d'application industrielle ressortent clairement de la description.