

(12) DEMANDE INTERNATIONALE PUBLIÉE EN VERTU DU TRAITÉ DE COOPÉRATION EN MATIÈRE DE BREVETS (PCT)

(19) Organisation Mondiale de la
Propriété Intellectuelle
Bureau international



(10) Numéro de publication internationale
WO 2012/156362 A1

(43) Date de la publication internationale
22 novembre 2012 (22.11.2012)

WIPO | PCT

- (51) Classification internationale des brevets :
C07C 51/44 (2006.01) C07C 53/08 (2006.01)
C07C 51/48 (2006.01)
- (21) Numéro de la demande internationale :
PCT/EP2012/058914
- (22) Date de dépôt international :
14 mai 2012 (14.05.2012)
- (25) Langue de dépôt : français
- (26) Langue de publication : français
- (30) Données relatives à la priorité :
11 54265 17 mai 2011 (17.05.2011) FR
- (71) Déposant (pour tous les États désignés sauf US) : **RHO-DIA ACETOW GmbH** [DE/DE]; Engesserstrasse 8, D-79108 Freiburg (DE).
- (72) Inventeurs; et
- (75) Inventeurs/Déposants (pour US seulement) : **AMOROS, Daniel** [FR/FR]; La Soleillade, Mas Gibert-Ardailers, F-30570 Valleraugue (FR). **BREHELIN, Mathias** [FR/FR]; 4 rue Roger Bréchan, F-69003 Lyon (FR). **HUMMEL, Andreas** [DE/DE]; Steingrübweg 2a, 79108 Freiburg (DE). **KRUMREY, Thomas** [DE/DE]; Riedweidenstraße 8, Germany, 79331 Teningen (DE).
- (74) Mandataire : **CHATELAN, Florence**; Bp 62, CRTL, 85 avenue des Frères Perret, F-69192 Saint Fons (FR).
- (81) États désignés (sauf indication contraire, pour tout titre de protection nationale disponible) : AE, AG, AL, AM, AO, AT, AU, AZ, BA, BB, BG, BH, BR, BW, BY, BZ, CA, CH, CL, CN, CO, CR, CU, CZ, DE, DK, DM, DO, DZ, EC, EE, EG, ES, FI, GB, GD, GE, GH, GM, GT, HN, HR, HU, ID, IL, IN, IS, JP, KE, KG, KM, KN, KP, KR, KZ, LA, LC, LK, LR, LS, LT, LU, LY, MA, MD, ME, MG, MK, MN, MW, MX, MY, MZ, NA, NG, NI, NO, NZ, OM, PE, PG, PH, PL, PT, QA, RO, RS, RU, RW, SC, SD, SE, SG, SK, SL, SM, ST, SV, SY, TH, TJ, TM, TN, TR, TT, TZ, UA, UG, US, UZ, VC, VN, ZA, ZM, ZW.
- (84) États désignés (sauf indication contraire, pour tout titre de protection régionale disponible) : ARIPO (BW, GH, GM, KE, LR, LS, MW, MZ, NA, RW, SD, SL, SZ, TZ, UG, ZM, ZW), eurasien (AM, AZ, BY, KG, KZ, RU, TJ, TM), européen (AL, AT, BE, BG, CH, CY, CZ, DE, DK, EE, ES, FI, FR, GB, GR, HR, HU, IE, IS, IT, LT, LU, LV, MC, MK, MT, NL, NO, PL, PT, RO, RS, SE, SI, SK, SM, TR), OAPI (BF, BJ, CF, CG, CI, CM, GA, GN, GQ, GW, ML, MR, NE, SN, TD, TG).
- Publiée :
— avec rapport de recherche internationale (Art. 21(3))

(54) Title : METHOD FOR RECOVERING ACETIC ACID

(54) Titre : PROCÉDE DE RECUPERATION D'ACIDE ACETIQUE

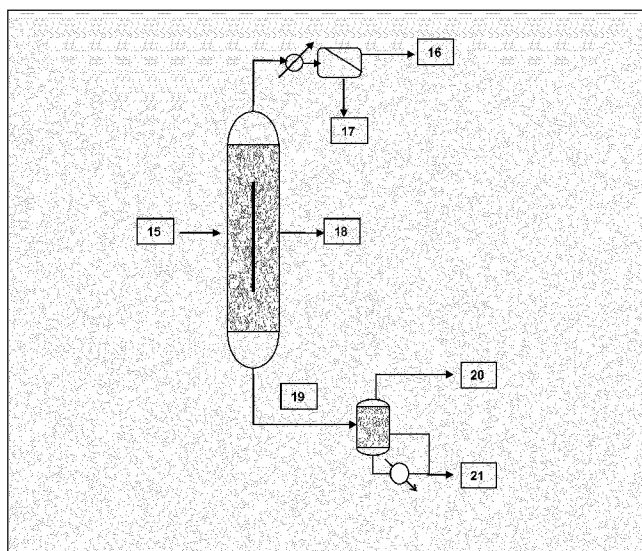


Figure 2

(57) Abstract : The present invention relates to a method for recovering acetic acid. The invention relates specifically to a method including a step of liquid-liquid extraction from an aqueous solution containing acetic acid, and a step of distillation of the resulting extract.

(57) Abrégé : La présente invention concerne un procédé de récupération d'acide acétique. L'invention concerne plus particulièrement un procédé comprenant une étape d'extraction liquide-liquide d'une solution aqueuse contenant de l'acide acétique, et une étape de distillation de l'extrait obtenu.

WO 2012/156362 A1

PROCEDE DE RECUPERATION D'ACIDE ACETIQUE

[0001] La présente invention concerne un procédé de récupération d'acide
5 acétique. L'invention concerne plus particulièrement un procédé comprenant une étape
d'extraction liquide-liquide d'une solution aqueuse contenant de l'acide acétique, et une
étape de distillation de l'extrait obtenu.

[0002] L'acide acétique, l'anhydride acétique et l'acide peracétique sont utilisés
10 dans les industries de chimie organique, par exemple pour la fabrication d'acétate de
cellulose, d'acétates d'alkyles, de cétènes, de glycérine et d'acides epoxyalcanoïques,
et des solutions contenant de l'acide acétique sont extraites de ces procédés.

[0003] Par exemple, de l'acide acétique est formé comme sous-produit à une
15 concentration de 20 à 40% dans le procédé de fabrication d'acétate de cellulose, et de
l'acide acétique est formé comme sous-produit à une concentration de 10 à 15% dans
le procédé de fabrication de glycérine de par l'utilisation d'acide peracétique. Des
solutions aqueuses contenant de l'acide acétique à une telle concentration moyenne
20 comprise entre environ 7 et environ 40% sont produites en grande quantité comme
sous-produits, et une récupération efficace de l'acide acétique de ces solutions
aqueuses est indispensable et importante pour améliorer la performance économique
des procédés principaux. De plus, l'acide acétique est utilisé dans d'autres domaines,
par exemples dans les industries de traitement des métaux et dans les industries de
25 fermentation, et également dans ces domaines, des solutions aqueuses contenant de
l'acide acétique sont formées. Afin d'améliorer le taux d'utilisation de substances
précieuses et de prévenir la pollution environnementale, il est très important de
récupérer l'acide acétique de ces solutions aqueuses avec une grande efficacité.

[0004] Des méthodes de récupération d'acide acétique de solutions aqueuses
30 sont connues. Une de ces méthodes consiste à réaliser une extraction liquide-liquide
avec un solvant de bas point d'ébullition. L'acide acétique se retrouve dans la phase
solvant. Puis l'acide acétique, le solvant, un peu d'eau dissoute, et éventuellement des
composés de point d'ébullition élevé, qui constituent la phase solvant, sont récupérés,
généralement par distillation. Cette purification par distillation de nombreux composés
35 peut s'avérer très complexe et très coûteuse à mettre en œuvre.

[0005] Par ailleurs, dans le domaine de la purification par distillation, des colonnes
à cloison et des colonnes de « Petlyuk » ont été développées. Ces colonnes

permettent de limiter le nombre de colonnes à mettre en œuvre dans le procédé de purification, par rapport à un procédé de purification avec des colonnes classiques, ce qui simplifie le procédé de purification, et ce qui assure une réduction de la consommation d'énergie.

5

[0006] On est toujours à la recherche de procédés simples et peu coûteux de récupération d'acide acétique, et qui permettent l'obtention de composés de pureté élevée.

10

[0007] A cet effet, l'invention propose un procédé de récupération d'acide acétique comprenant une étape d'extraction liquide-liquide d'une solution aqueuse contenant de l'acide acétique avec un solvant de bas point d'ébullition, pour extraire l'acide de la solution aqueuse, et une étape de distillation de cet extrait, caractérisé en ce que la distillation est réalisée dans une colonne à cloison ou dans une colonne « Petlyuk ».

15

[0008] La solution aqueuse contenant de l'acide acétique introduite dans l'étape d'extraction de l'invention comprend avantageusement entre 20 et 40% en poids d'acide acétique. L'acide acétique peut être issu d'une matière renouvelable d'origine animale ou végétale.

20

[0009] Selon un mode de réalisation particulier du procédé de l'invention, cette solution aqueuse contenant de l'acide acétique est issue d'un procédé d'acétylation de la pâte de bois.

25

[0010] Généralement, un procédé d'acétylation de pâte de bois comprend les étapes de mise en contact de pâte de bois avec de l'acide acétique, de réaction avec l'anhydride acétique pour acétyler la cellulose. Le produit obtenu est le triacétate de cellulose, qui est ensuite hydrolysé avec de l'eau et un catalyseur pour former l'acétate-2,5 de cellulose. Une solution aqueuse contenant entre 20 et 40% en poids

30

d'acide acétique est récupérée dans la section suivante de précipitation et lavage du produit à l'eau.

35

[0011] Selon ce mode de réalisation, la solution aqueuse contenant l'acide acétique comprend généralement des composés de point d'ébullition élevé. Le procédé de l'invention permet de séparer de façon efficace ces composés de l'acide acétique. On peut citer à titre d'exemples de composés de point d'ébullition élevé les sucres, les sels tels que NaHSO_4 ou CaSO_4 , les hémicelluloses etc.

[0012] Selon ce mode de réalisation, l'acide acétique récupéré lors de l'étape de distillation avec une colonne à cloison ou avec une colonne « Petlyuk », dans au moins une fraction intermédiaire, est recyclé dans le procédé d'acétylation du bois. L'acide acétique récupéré dans la(les) fraction(s) intermédiaire(s) peut être sous forme
5 pratiquement pure ou sous forme de solution aqueuse concentrée, par exemple comprenant de l'ordre de 60% en poids d'acide acétique.

[0013] Le procédé de l'invention comprend une étape d'extraction liquide-liquide de la solution aqueuse contenant de l'acide acétique avec un solvant de bas point
10 d'ébullition, pour extraire l'acide de la solution aqueuse.

[0014] Le solvant de bas point d'ébullition a une température d'ébullition inférieure à celle de l'acide acétique.

15 [0015] Le solvant est avantageusement choisi dans le groupe des éthers, des alcools, des acétates ou des cétones.

[0016] De préférence le solvant est choisi parmi le diéthyl éther, le méthyl tertio butyl éther, l'alcool isopropylique, l'acétate isopropylique, l'acétate d'éthyle, l'acétate de
20 méthyle et la méthyl éthyl cétone.

[0017] L'étape d'extraction peut être réalisée dans de nombreux appareils dans lesquels deux phases liquides sont mises en contact l'une avec l'autre. Pour une extraction efficace, il est préférable de choisir un appareil dans lequel l'interface entre
25 les deux phases liquides est fréquemment « rafraîchie ». Dans l'industrie chimique, on utilise habituellement, comme appareils d'extraction en continu, des colonnes à garnissage ordonné ou à garnissage vrac, ou des colonnes à plateaux perforés. On peut aussi utiliser une cascade de mélangeurs décanteurs.

Pour améliorer le mélange entre les phases solvant et aqueuse, des dispositifs
30 d'extraction en colonnes agitées peuvent être utilisées comme les colonnes disque/couronne de type RDC (« rotary disc contractor »), les colonnes agitées de type Kuhni .

[0018] De préférence, le contact entre la solution contenant de l'acide acétique à
35 extraire et le solvant de bas point d'ébullition est réalisé à contre-courant.

[0019] Avantageusement la température lors de l'étape d'extraction est inférieure ou égale à 50°C. La pression lors de cette étape est de préférence la pression atmosphérique.

5 [0020] La phase solvant issue de l'extraction (extrait) contient principalement de l'acide acétique et du solvant, un peu d'eau dissoute, et éventuellement des composés de point d'ébullition élevé.

[0021] Le procédé de l'invention comprend également une étape de distillation
10 dans une colonne à cloison ou dans une colonne « Petlyuk », de l'extrait issu de l'étape d'extraction.

[0022] Le but de cette distillation dans une colonne à cloison ou dans une colonne
« Petlyuk » est la séparation et la récupération efficace des différents composés de
15 l'extrait, à savoir le solvant d'extraction, l'acide acétique, et éventuellement les composés de point d'ébullition élevé.

[0023] Généralement on récupère :

- en tête de colonne, le solvant d'extraction et éventuellement un peu
20 d'eau
- dans la partie latérale de la colonne, au moins une fraction intermédiaire ;
la(les) fraction(s) intermédiaire(s) comprend (comprennent) de l'acide
acétique sous forme pratiquement pure ou de l'acide acétique sous forme
de solution aqueuse concentrée
- 25 - en pied de colonne des composés de point d'ébullition élevé, seuls ou en
mélange avec de l'acide acétique

[0024] Par « colonne à cloison », on entend une colonne dont une partie de la
colonne est séparée verticalement en deux parties par une cloison. La présence de la
30 cloison génère une section de préfractionnement située dans la zone d'alimentation.

[0025] La colonne « Petlyuk » est une alternative à la colonne à cloison. Il s'agit
d'une colonne dans laquelle la section de préfractionnement de la colonne à cloison est
remplacée par une colonne séparée de préfractionnement, dont le produit de tête est
35 introduit dans la partie haute de la colonne suivante (qui n'est pas une colonne à
cloison), et dont le produit de pied est introduit dans la partie basse de cette colonne. La
colonne de préfractionnement n'a pas de bouilleur ou de condenseur, à cloison, mais

du liquide de la partie haute de la colonne suivant la colonne de préfractionnement, et de la vapeur de la partie basse de cette colonne suivante, sont introduits dans la colonne de préfractionnement.

5 [0026] La colonne à cloison de l'invention comprend au moins une cloison. De préférence elle contient une seule cloison.

[0027] La cloison peut être une plaque métallique soudée à la colonne, qui peut par exemple être d'une épaisseur d'environ 1,5 mm. Il peut également s'agir d'une cloison
10 non soudée à la virole, et solidaire des internes de la colonne.

[0028] La cloison est de préférence située au milieu de la colonne, de part et d'autre de l'endroit où le flux d'alimentation est introduit dans la colonne, et de part et d'autre de l'endroit où la(les) fraction(s) intermédiaire(s) est (sont) récupéré(es).
15

[0029] Les dimensions de la colonne à cloison peuvent être très variables. Son diamètre peut par exemple varier entre 0,3 et plus de 5 m. Sa hauteur peut aller jusqu'à 100 m.

20 [0030] Avantageusement la pression de la colonne est la pression atmosphérique.

[0031] De préférence, le domaine de température entre la tête de colonne et le pied de colonne est compris entre 20 et 130°C.

25 [0032] La(les) fraction(s) intermédiaire(s) récupérée(s) comprend(comprennent) avantageusement entre 50 et 100% en poids d'acide acétique.

[0033] Avantageusement, le solvant d'extraction récupéré en tête de colonne, lors de la distillation, est recyclé dans l'étape d'extraction. En tête de colonne, le solvant
30 d'extraction peut contenir un peu d'eau, il peut par exemple comprendre entre 0 et 10% en poids d'eau. Aussi, avant d'être recyclé dans l'étape d'extraction, l'eau peut être séparée du solvant, par exemple par simple décantation.

[0034] Le procédé de l'invention comprenant une étape d'extraction et une étape
35 de distillation avec une colonne à cloison ou une colonne « Petlyuk », permet de récupérer l'acide acétique et le solvant d'extraction avec une pureté élevée. Le procédé

est simple et très intéressant économiquement. En utilisant une colonne à cloison ou une colonne « Petlyuk », on peut réduire le nombre de colonnes (et donc réduire le nombre d'enveloppes de colonne, de bouilleurs, de condenseurs, d'internes), ce qui réduit considérablement les coûts d'investissement de l'installation de distillation et sa complexité. Il permet aussi une réduction significative de la consommation d'énergie.

[0035] La figure 1 représente le schéma d'un procédé conventionnel de récupération d'acide acétique.

La figure 2 représente le schéma d'un mode de réalisation du procédé de l'invention.

10 La figure 3 représente le schéma d'un autre mode de réalisation du procédé de l'invention.

[0036] D'autres détails ou avantages de l'invention apparaîtront plus clairement à la vue des exemples donnés ci-dessous.

15

EXEMPLES

Exemple 1 (comparatif)

La figure 1 représente le schéma d'un procédé conventionnel de récupération d'acide acétique.

20

A l'issue du procédé d'acétylation de la cellulose, on réalise l'étape d'extraction d'une solution aqueuse d'acide acétique comprenant 30% en poids d'acide acétique. Le solvant d'extraction est le diéthyl éther. L'extraction est réalisée à 25°C et à pression atmosphérique, dans une colonne à plateaux perforés.

25 Le flux 1 représente le produit extrait par le solvant provenant de l'étape d'extraction. Le flux 1 est composé d'un mélange eau, solvant, acide acétique et composés de point d'ébullition élevé. Le flux 1 est introduit dans une colonne de distillation. Le flux 2 est le distillat sortant en tête de colonne, il est composé majoritairement de solvant qui est recyclé dans l'étape d'extraction. Le flux 3 sortant en pied de la colonne est introduit dans un ballon de flash. Ce flash sépare le flux 3 en 2 autres flux : le flux 4 contenant un mélange d'eau et d'acide acétique avec une proportion de 75% en poids d'acide acétique, et le flux 5 contenant la majorité des composés de point d'ébullition élevé. Le flux 4 alimente la colonne de purification d'acide acétique. En tête de colonne on extrait un mélange 6 riche en eau comprenant de 70 à 90% en poids d'eau, qui est renvoyé à l'étape d'extraction. Le flux 7, constitué d'un mélange d'eau et d'acide acétique dans une proportion allant de 35 à 45 % d'eau est soutiré sur la partie latérale de cette colonne; ce flux est recyclé vers le procédé d'acétylation de la cellulose. Le flux 8 qui est

35

soutiré dans le fond de colonne, est de l'acide acétique pur (99,5%), qui est recyclé vers le procédé d'acétylation de la cellulose.

Exemple 2

5 La figure 2 représente le schéma d'un mode de réalisation du procédé de l'invention, comprenant une colonne à cloison et un ballon de flash.

Le flux 15 représente le produit extrait par le solvant provenant de l'étape d'extraction (mêmes conditions pour l'étape d'extraction que pour l'exemple 1 comparatif). Le flux 15 est introduit dans une colonne à cloison. Les flux 16 et 17 sont issus d'une décantation
 10 à une température comprise entre 5 et 40 °C et préférentiellement 20°C du flux sortant en tête de colonne à cloison. Le flux 16 contient majoritairement le solvant qui est recyclé vers l'étape d'extraction et le flux 17 contient majoritairement de l'eau. Le flux 18 est soutiré dans la zone cloisonnée opposée au flux 15 et est constitué d'un mélange d'acide acétique et d'eau comprenant entre 50% et 70 % en poids d'acide acétique. Ce
 15 flux 18 est recyclé vers la section réactionnelle du procédé d'acétylation de la cellulose. Le flux 19 est extrait en pied de colonne à cloison et contient de l'acide acétique et des composés de point d'ébullition élevé. Ce flux alimente un ballon de flash. Ce flash sépare le flux 19 en 2 autres flux : le flux 20 contenant l'acide acétique pur, qui est recyclé vers la section réactionnelle du procédé d'acétylation de la cellulose, et le flux
 20 21 contenant des composés de point d'ébullition élevé et de l'acide acétique.

On décrit ci-dessous un exemple de réalisation du procédé selon ce mode de réalisation.

Le tableau 1 ci-dessous décrit les compositions des différents flux ainsi que les conditions opératoires . Les pourcentages mentionnés dans le tableau sont des
 25 pourcentages en poids.

Tableau 1

Flux	15	18	19	21	20	16	17
Acide acétique (%)	15,82	57,65	98,76	49,98	99,92	0,12	0,33
Eau (%)	6,91	42,35	0,08	0,02	0,08	1,08	95,63
Solvant(%)	77,14	-	-	-	-	98,80	4,04
Composés de point d'ébullition élevé (%)	0,13	-	1,16	50,00	-	-	-
Débit (kg/h)	38751,6	3200,0	4300,0	100,0	4200	30211,4	1040,2
Température (°C)	50	102	118	118	118	25	25

La zone de distillation située au-dessus de la zone cloisonnée a une efficacité correspondant à 12 étages théoriques.

5 La zone de distillation située au-dessous de la zone cloisonnée où se fait le soutirage latéral 18 a une efficacité correspondant à 15 étages théoriques.

10 La zone de distillation située dans la partie gauche de la zone cloisonnée où se fait l'alimentation de la colonne par le flux 15 a une efficacité correspondant à 12 étages théoriques.

La zone de distillation située dans la partie droite de la zone cloisonnée où se fait le soutirage latéral du flux 18 a une efficacité correspondant à 8 étages théoriques.

15 La colonne est opérée à pression atmosphérique et le taux de reflux en tête de colonne est de 1.

20 Le dispositif de colonne à cloison permet de séparer avec un seul appareil : le solvant qui est recyclé vers l'étape d'extraction, un mélange acide acétique et eau qui est recyclé vers le procédé d'acétylation de la cellulose, l'acide acétique pur contenant des composés de point d'ébullition élevé qui sont à séparer dans un ballon de flash.

Exemple 3

La figure 3 représente le schéma d'un mode de réalisation du procédé de l'invention, comprenant une colonne à cloison.

25 Le flux 9 représente le produit extrait par le solvant provenant de l'étape d'extraction (mêmes conditions pour l'étape d'extraction que pour l'exemple 1 comparatif). Il est composé d'un mélange eau, solvant, acide acétique et composés de point d'ébullition élevé. Le flux 9 est introduit dans la colonne à cloison. Le flux de tête de colonne a une température comprise entre 30 et 35 °C et est composée d'un mélange eau, solvant

30 comprenant environ 4% en poids d'eau. Ce flux alimente un décanteur qui a une température comprise entre 5 et 40 °C et préférentiellement 20°C. Les flux 10 et 11 sont issus de cette décantation. Le flux 10 contient majoritairement le solvant qui est recyclé vers l'étape d'extraction et le flux 11 contient majoritairement de l'eau. Le flux 12 est soutiré dans la zone cloisonnée opposée au flux 9 et est constitué d'un mélange d'acide

35 acétique et d'eau comprenant entre 50% et 70 % en poids d'acide acétique. Ce flux 12 est recyclé vers la section réactionnelle du procédé d'acétylation de la cellulose. Le flux

13 est soutiré au-dessous de la zone cloisonnée de la colonne et est constitué d'acide acétique pur. Ce flux 13 est recyclé vers la section réactionnelle du procédé d'acétylation de la cellulose. Le flux 14 est soutiré en pied de la colonne à cloison et contient des composés de point d'ébullition élevé et de l'acide acétique.

- 5 On décrit ci-dessous un exemple de réalisation du procédé selon ce mode de réalisation.

Le tableau 2 ci-dessous décrit les compositions des différents flux ainsi que les conditions opératoires. Les pourcentages mentionnés dans le tableau sont des pourcentages en poids.

10

Tableau 2

Flux	9	12	13	14	10	11
Acide acétique (%)	15,82	57,65	99,92	49,98	0,12	0,33
Eau (%)	6,91	42,35	0,08	0,02	1,08	95,63
Solvant(%)	77,14	-	-	-	98,80	4,04
Composés de point d'ébullition élevé (%)	0,13	-	-	50,00	-	-
Débit (kg/h)	38751,6	3200,0	4200,0	100,0	30211,4	1040,2
Température (°C)	50	102	118	118	25	25

La zone de distillation située au-dessus de la zone cloisonnée a une efficacité correspondant à 12 étages théoriques.

- 15 La zone de distillation située au-dessous de la zone cloisonnée où se fait le soutirage latéral 13 a une efficacité correspondant à 15 étages théoriques.

La zone de distillation située dans la partie gauche de la zone cloisonnée où se fait l'alimentation de la colonne par le flux 9 a une efficacité correspondant à 12 étages théoriques.

20

La zone de distillation située dans la partie droite de la zone cloisonnée où se fait le soutirage latéral du flux 12 a une efficacité correspondant à 8 étages théoriques.

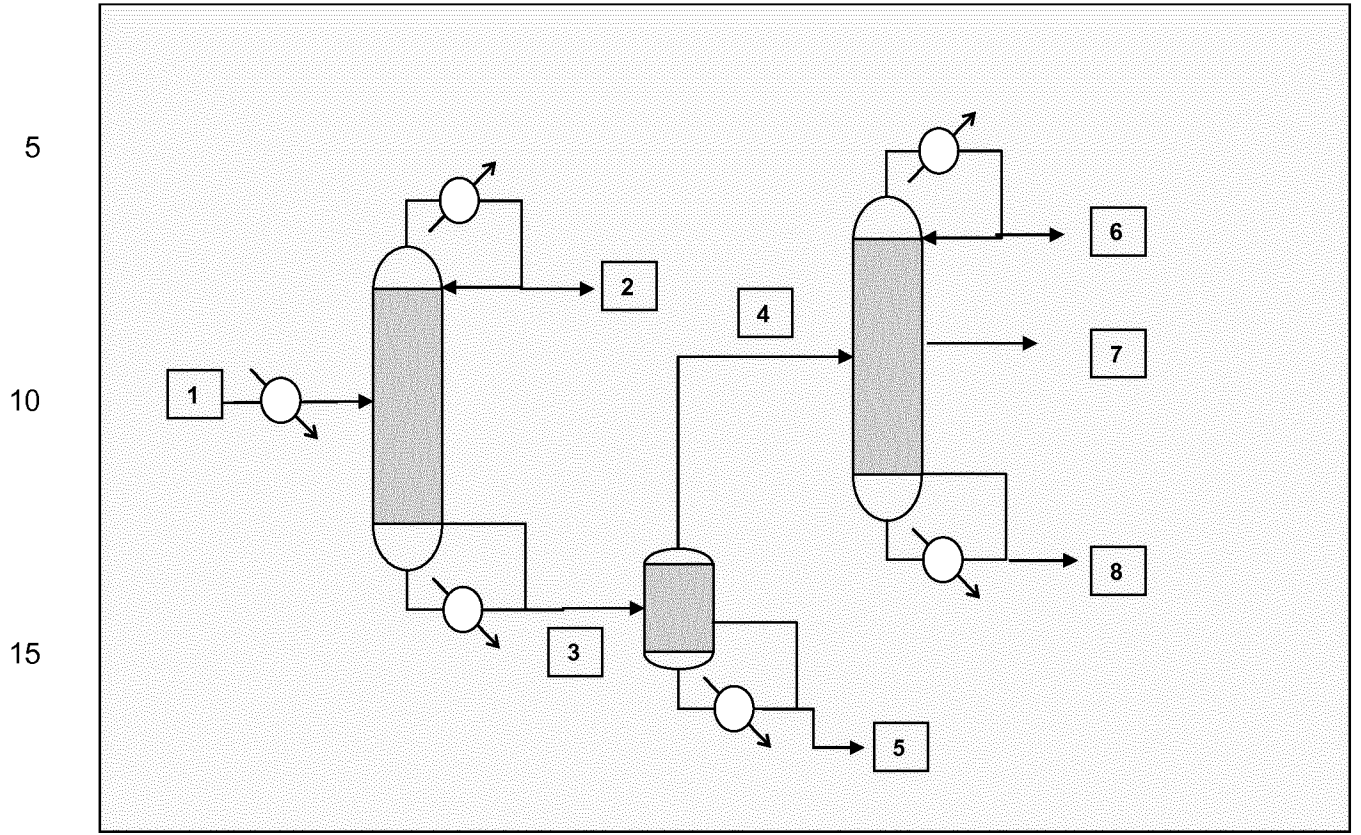
- 25 La colonne est opérée à pression atmosphérique et le taux de reflux en tête de colonne est de 1.

Le dispositif de colonne à cloison permet de séparer avec un seul appareil : le solvant qui est recyclé vers l'étape d'extraction, un mélange acide acétique et eau qui est recyclé vers le procédé d'acétylation de la cellulose, l'acide acétique pur qui est également recyclé vers le procédé d'acétylation de la cellulose, et les composés de point d'ébullition élevé qui sont détruits.

REVENDICATIONS

1. Procédé de récupération d'acide acétique comprenant une étape d'extraction
liquide-liquide d'une solution aqueuse contenant de l'acide acétique avec un solvant
5 de bas point d'ébullition, pour extraire l'acide de la solution aqueuse, et une étape de
distillation de cet extrait, caractérisé en ce que la distillation est réalisée dans une
colonne à cloison ou dans une colonne Petlyuk
2. Procédé selon la revendication 1, caractérisé en ce que la solution aqueuse
10 comprend entre 20 et 40% en poids d'acide acétique
3. Procédé selon la revendication 1 ou 2, caractérisé en ce que la solution aqueuse est
issue d'un procédé d'acétylation de la pâte de bois
- 15 4. Procédé selon la revendication 3, caractérisé en ce que la solution aqueuse
comprend également des composés de point d'ébullition élevé.
5. Procédé selon la revendication 4 ou 5, caractérisé en ce que l'acide acétique
récupéré, lors de l'étape de distillation avec une colonne à cloison ou avec une
20 colonne Petlyuk, dans au moins une fraction intermédiaire, est recyclé dans le
procédé d'acétylation de la pâte de bois
6. Procédé selon l'une des revendications précédentes, caractérisé en ce que le
solvant de bas point d'ébullition est choisi dans le groupe des éthers, des alcools,
25 des acétates ou des cétones.
7. Procédé selon la revendication 6, caractérisé en ce que le solvant de bas point
d'ébullition est choisi parmi le diéther, le méthyl tertio butyl éther, l'alcool
isopropylique, l'acétate isopropylique, l'acétate d'éthyle, l'acétate de méthyle et la
30 méthyl éthyl cétone.
8. Procédé selon l'une des revendications précédentes, caractérisé en ce que la
pression de la colonne est la pression atmosphérique.

9. Procédé selon l'une des revendications précédentes, caractérisé en ce que le domaine de température entre la tête de colonne et le pied de colonne est compris entre 20 et 130°C.
- 5 10. Procédé selon la revendication selon l'une des revendications précédentes, caractérisé en ce que le solvant de bas point d'ébullition est récupéré après décantation du mélange solvant/eau sortant en tête de colonne
- 10 11. Procédé selon la revendication selon l'une des revendications précédentes, caractérisé en ce que le solvant de bas point d'ébullition est recyclé dans l'étape d'extraction



20

Figure 1

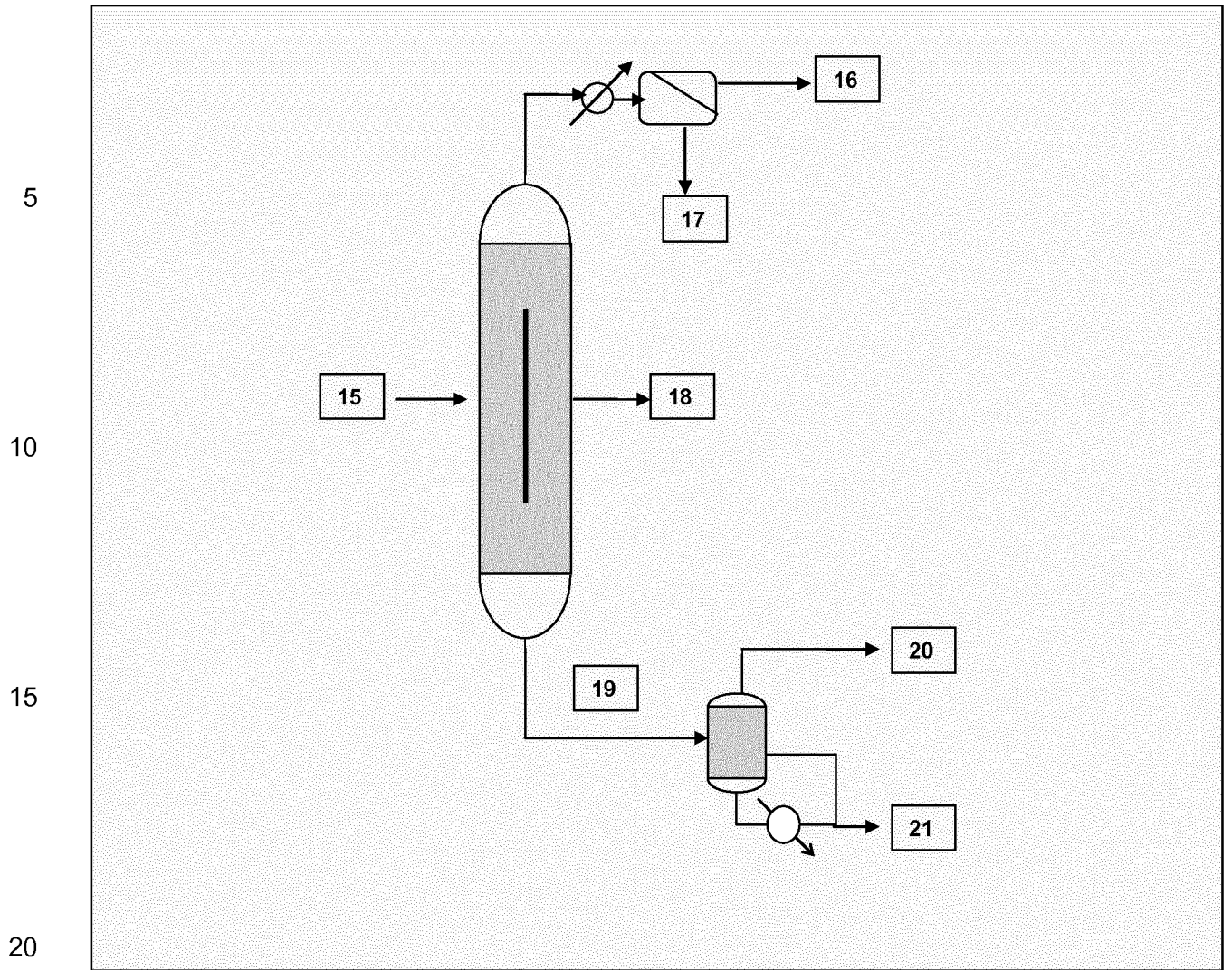
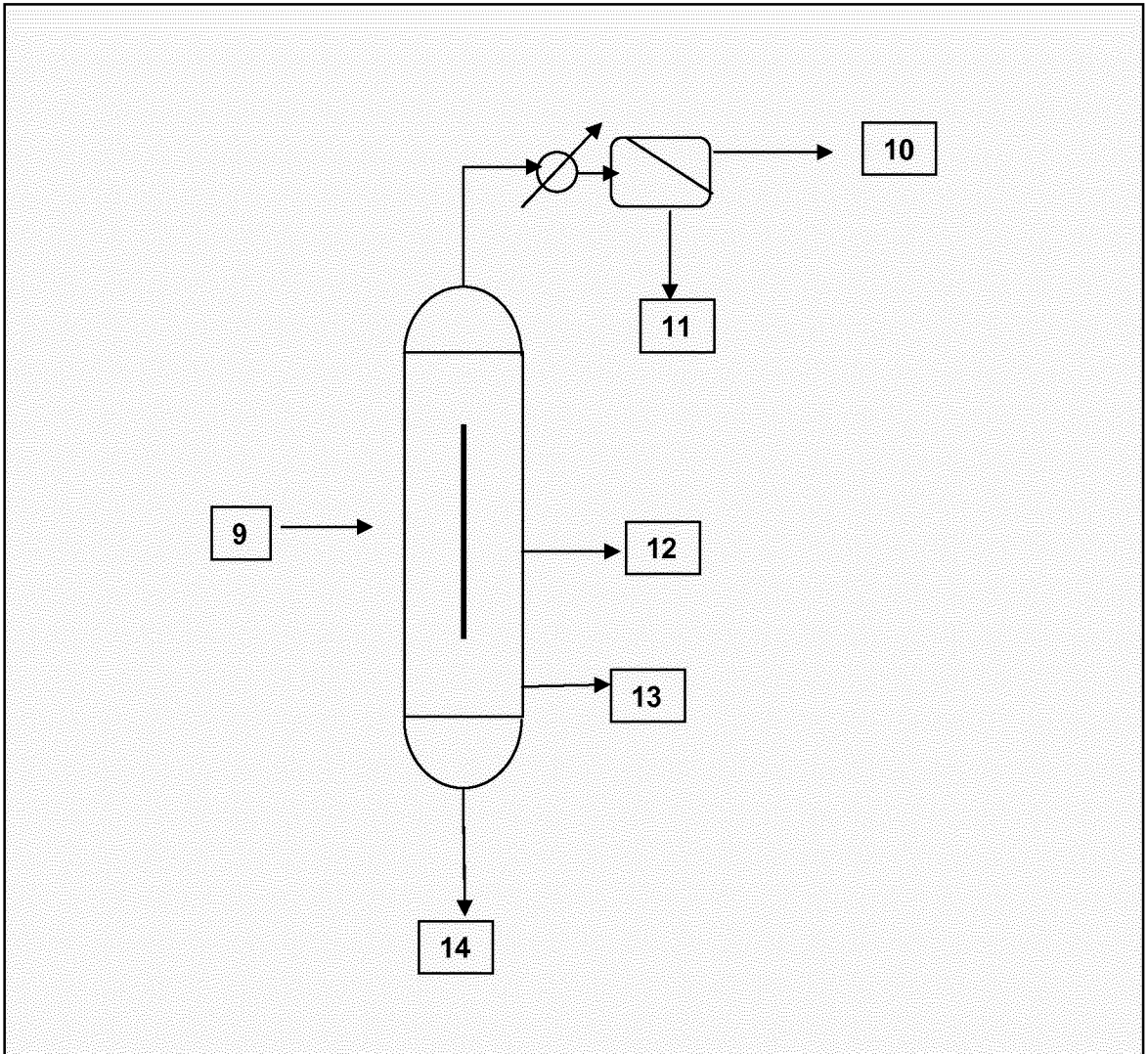


Figure 2



5

Figure 3

10

INTERNATIONAL SEARCH REPORT

International application No
PCT/EP2012/058914

A. CLASSIFICATION OF SUBJECT MATTER
INV. C07C51/44 C07C51/48 C07C53/08
ADD.
According to International Patent Classification (IPC) or to both national classification and IPC

B. FIELDS SEARCHED
Minimum documentation searched (classification system followed by classification symbols)
C07C
Documentation searched other than minimum documentation to the extent that such documents are included in the fields searched

Electronic data base consulted during the international search (name of data base and, where practicable, search terms used)
EPO-Internal, CHEM ABS Data, WPI Data

C. DOCUMENTS CONSIDERED TO BE RELEVANT		
Category*	Citation of document, with indication, where appropriate, of the relevant passages	Relevant to claim No.
A	US 2009/234157 A1 (WARNER, R. JAY ET AL) 17 September 2009 (2009-09-17) paragraph [0002] - paragraph [0006]; claims 1,20	1-11
A	WO 03/074781 A1 (CHEMPOLIS OY [FI]; ROUSU PASI [FI]; ANTTILA JUHA [FI]; TANSKANEN JUHA) 12 September 2003 (2003-09-12) paragraphs [0001], [0016], [0024] - [0025], [0067] - [0068], [0119] - [0121]; figure 4	1-11
	----- -/--	

Further documents are listed in the continuation of Box C.

See patent family annex.

* Special categories of cited documents :

<p>"A" document defining the general state of the art which is not considered to be of particular relevance</p> <p>"E" earlier application or patent but published on or after the international filing date</p> <p>"L" document which may throw doubts on priority claim(s) or which is cited to establish the publication date of another citation or other special reason (as specified)</p> <p>"O" document referring to an oral disclosure, use, exhibition or other means</p> <p>"P" document published prior to the international filing date but later than the priority date claimed</p>	<p>"T" later document published after the international filing date or priority date and not in conflict with the application but cited to understand the principle or theory underlying the invention</p> <p>"X" document of particular relevance; the claimed invention cannot be considered novel or cannot be considered to involve an inventive step when the document is taken alone</p> <p>"Y" document of particular relevance; the claimed invention cannot be considered to involve an inventive step when the document is combined with one or more other such documents, such combination being obvious to a person skilled in the art</p> <p>"&" document member of the same patent family</p>
---	---

Date of the actual completion of the international search 22 June 2012	Date of mailing of the international search report 06/07/2012
Name and mailing address of the ISA/ European Patent Office, P.B. 5818 Patentlaan 2 NL - 2280 HV Rijswijk Tel. (+31-70) 340-2040, Fax: (+31-70) 340-3016	Authorized officer Lacombe, Céline

INTERNATIONAL SEARCH REPORT

International application No
PCT/EP2012/058914

C(Continuation). DOCUMENTS CONSIDERED TO BE RELEVANT		
Category*	Citation of document, with indication, where appropriate, of the relevant passages	Relevant to claim No.
A	<p>VAN DUC LONG N ET AL: "Design and optimization of a dividing wall column for debottlenecking of the acetic acid purification process", CHEMICAL ENGINEERING AND PROCESSING, ELSEVIER SEQUOIA, LAUSANNE, CH, vol. 49, no. 8, 1 August 2010 (2010-08-01) , pages 825-835, XP027234377, ISSN: 0255-2701 [retrieved on 2010-08-01] page 826; figures 1-3 paragraph [conclusion] -----</p>	1-11

INTERNATIONAL SEARCH REPORT

Information on patent family members

International application No

PCT/EP2012/058914

Patent document cited in search report	Publication date	Patent family member(s)	Publication date
US 2009234157	A1	17-09-2009	AR 072659 A1 15-09-2010
			AU 2009223823 A1 17-09-2009
			CA 2719715 A1 17-09-2009
			CN 102015612 A 13-04-2011
			EP 2265566 A1 29-12-2010
			KR 20100125408 A 30-11-2010
			NZ 588221 A 24-02-2012
			TW 200940497 A 01-10-2009
			US 2009234157 A1 17-09-2009
			US 2010305360 A1 02-12-2010
			WO 2009114070 A1 17-09-2009

WO 03074781	A1	12-09-2003	AU 2003212395 A1 16-09-2003
			CA 2477848 A1 12-09-2003
			EG 23602 A 09-10-2006
			EP 1481124 A1 01-12-2004
			FI 20020401 A 02-09-2003
			MY 141981 A 16-08-2010
			WO 03074781 A1 12-09-2003

RAPPORT DE RECHERCHE INTERNATIONALE

Demande internationale n°

PCT/EP2012/058914

A. CLASSEMENT DE L'OBJET DE LA DEMANDE INV. C07C51/44 C07C51/48 C07C53/08 ADD.		
Selon la classification internationale des brevets (CIB) ou à la fois selon la classification nationale et la CIB		
B. DOMAINES SUR LESQUELS LA RECHERCHE A PORTE Documentation minimale consultée (système de classification suivi des symboles de classement) C07C		
Documentation consultée autre que la documentation minimale dans la mesure où ces documents relèvent des domaines sur lesquels a porté la recherche		
Base de données électronique consultée au cours de la recherche internationale (nom de la base de données, et si cela est réalisable, termes de recherche utilisés) EPO-Internal, CHEM ABS Data, WPI Data		
C. DOCUMENTS CONSIDERES COMME PERTINENTS		
Catégorie*	Identification des documents cités, avec, le cas échéant, l'indication des passages pertinents	no. des revendications visées
A	US 2009/234157 A1 (WARNER, R. JAY ET AL) 17 septembre 2009 (2009-09-17) alinéa [0002] - alinéa [0006]; revendications 1,20 -----	1-11
A	WO 03/074781 A1 (CHEMPOLIS OY [FI]; ROUSU PASI [FI]; ANTTILA JUHA [FI]; TANSKANEN JUHA) 12 septembre 2003 (2003-09-12) alinéas [0001], [0016], [0024] - [0025], [0067] - [0068], [0119] - [0121]; figure 4 ----- -/--	1-11
<input checked="" type="checkbox"/> Voir la suite du cadre C pour la fin de la liste des documents <input checked="" type="checkbox"/> Les documents de familles de brevets sont indiqués en annexe		
* Catégories spéciales de documents cités:		
"A" document définissant l'état général de la technique, non considéré comme particulièrement pertinent "E" document antérieur, mais publié à la date de dépôt international ou après cette date "L" document pouvant jeter un doute sur une revendication de priorité ou cité pour déterminer la date de publication d'une autre citation ou pour une raison spéciale (telle qu'indiquée) "O" document se référant à une divulgation orale, à un usage, à une exposition ou tous autres moyens "P" document publié avant la date de dépôt international, mais postérieurement à la date de priorité revendiquée	"T" document ultérieur publié après la date de dépôt international ou la date de priorité et n'appartenant pas à l'état de la technique pertinent, mais cité pour comprendre le principe ou la théorie constituant la base de l'invention "X" document particulièrement pertinent; l'invention revendiquée ne peut être considérée comme nouvelle ou comme impliquant une activité inventive par rapport au document considéré isolément "Y" document particulièrement pertinent; l'invention revendiquée ne peut être considérée comme impliquant une activité inventive lorsque le document est associé à un ou plusieurs autres documents de même nature, cette combinaison étant évidente pour une personne du métier "&" document qui fait partie de la même famille de brevets	
Date à laquelle la recherche internationale a été effectivement achevée 22 juin 2012		Date d'expédition du présent rapport de recherche internationale 06/07/2012
Nom et adresse postale de l'administration chargée de la recherche internationale Office Européen des Brevets, P.B. 5818 Patentlaan 2 NL - 2280 HV Rijswijk Tel. (+31-70) 340-2040, Fax: (+31-70) 340-3016		Fonctionnaire autorisé Lacombe, Céline

C(suite). DOCUMENTS CONSIDERES COMME PERTINENTS		
Catégorie*	Identification des documents cités, avec, le cas échéant, l'indication des passages pertinents	no. des revendications visées
A	<p>VAN DUC LONG N ET AL: "Design and optimization of a dividing wall column for debottlenecking of the acetic acid purification process", CHEMICAL ENGINEERING AND PROCESSING, ELSEVIER SEQUOIA, LAUSANNE, CH, vol. 49, no. 8, 1 août 2010 (2010-08-01), pages 825-835, XP027234377, ISSN: 0255-2701 [extrait le 2010-08-01] page 826; figures 1-3 alinéa [conclusion]</p> <p style="text-align: center;">-----</p>	1-11

RAPPORT DE RECHERCHE INTERNATIONALE

Renseignements relatifs aux membres de familles de brevets

Demande internationale n°

PCT/EP2012/058914

Document brevet cité au rapport de recherche	Date de publication	Membre(s) de la famille de brevet(s)	Date de publication
US 2009234157	A1	17-09-2009	
		AR 072659 A1	15-09-2010
		AU 2009223823 A1	17-09-2009
		CA 2719715 A1	17-09-2009
		CN 102015612 A	13-04-2011
		EP 2265566 A1	29-12-2010
		KR 20100125408 A	30-11-2010
		NZ 588221 A	24-02-2012
		TW 200940497 A	01-10-2009
		US 2009234157 A1	17-09-2009
		US 2010305360 A1	02-12-2010
		WO 2009114070 A1	17-09-2009

WO 03074781	A1	12-09-2003	
		AU 2003212395 A1	16-09-2003
		CA 2477848 A1	12-09-2003
		EG 23602 A	09-10-2006
		EP 1481124 A1	01-12-2004
		FI 20020401 A	02-09-2003
		MY 141981 A	16-08-2010
		WO 03074781 A1	12-09-2003
