

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

(19) Organisation Mondiale de la Propriété
Intellectuelle
Bureau international



(43) Date de la publication internationale
17 janvier 2008 (17.01.2008)

PCT

(10) Numéro de publication internationale
WO 2008/007012 A2

(51) Classification internationale des brevets :
C07C 17/02 (2006.01) C07C 19/045 (2006.01)

(21) Numéro de la demande internationale :
PCT/FR2007/051629

(22) Date de dépôt international : 10 juillet 2007 (10.07.2007)

(25) Langue de dépôt : français

(26) Langue de publication : français

(30) Données relatives à la priorité :
0652951 13 juillet 2006 (13.07.2006) FR

(71) Déposant (pour tous les États désignés sauf US) :
ARKEMA FRANCE [FR/FR]; 420, rue d'Estienne
d'Orves, F-92700 Colombes (FR).

(72) Inventeurs; et

(75) Inventeurs/Déposants (pour US seulement) : LEDUC,
Philippe [FR/FR]; Le Grand Petit, F-69590 Larajasse (FR).
VANNEY, François [FR/FR]; 54, avenue Foch, F-69006
Lyon (FR). TEISSIER, Rémy [FR/FR]; 5, impasse des
Bruyères, F-69340 Francheville (FR).

(74) Mandataire : BONNEL, Claudine; Arkema France,
DRD- Département Propriété Industrielle, 420, rue
d'Estienne d'Orves, F-92705 Colombes Cedex (FR).

(81) États désignés (sauf indication contraire, pour tout titre de
protection nationale disponible) : AE, AG, AL, AM, AT,

AU, AZ, BA, BB, BG, BH, BR, BW, BY, BZ, CA, CH, 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, PG, PH, PL, PT, RO,
RS, RU, SC, SD, SE, SG, SK, SL, SM, SV, SY, 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, LS, MW, MZ, NA, SD, SL, SZ, TZ, UG, ZM,
ZW), eurasiatique (AM, AZ, BY, KG, KZ, MD, RU, TJ, TM),
européen (AT, BE, BG, CH, CY, CZ, DE, DK, EE, ES, FI,
FR, GB, GR, HU, IE, IS, IT, LT, LU, LV, MC, MT, NL, PL,
PT, RO, SE, SI, SK, TR), OAPI (BF, BJ, CF, CG, CI, CM,
GA, GN, GQ, GW, ML, MR, NE, SN, TD, TG).

Déclaration en vertu de la règle 4.17 :

— relative au droit du déposant de demander et d'obtenir un
brevet (règle 4.17.ii)

Publiée :

— sans rapport de recherche internationale, sera republiée
dès réception de ce rapport

En ce qui concerne les codes à deux lettres et autres abréviations,
se référer aux "Notes explicatives relatives aux codes et
abréviations" figurant au début de chaque numéro ordinaire de
la Gazette du PCT.

(54) Title: METHOD OF OBTAINING 1,2-DICHLOROETHANE BY DIRECT CHLORINATION WITH A STEP OF SEPARATION FROM THE CATALYST BY DIRECT EVAPORATION, AND FACILITY FOR THE IMPLEMENTATION THEREOF

(54) Titre : PROCÉDE D'OBTENTION DE 1,2-DICHLOROETHANE PAR CHLORATION DIRECTE AVEC ETAPE DE SEPARATION DU CATALYSEUR PAR EVAPORATION DIRECTE, ET INSTALLATION POUR SA MISE EN OEUVRE

(57) Abstract: The present invention relates to a method of producing liquid 1,2-dichloroethane (DCE), obtained by direct cold chlorination of ethylene in the presence of a Lewis acid type catalyst, in order to obtain, after separation from the catalyst, DCE of sufficient purity to produce monomer vinyl chloride (MVC) by cracking; characterized in that it comprises a step (5) of dechlorination of the liquid DCE flow (4) exiting the chlorination reactor (1), making it possible to eliminate the excess dissolved chlorine, followed by a step (9) of direct evaporation of all of the liquid DCE flow (8) exiting said reactor, allowing separation from the catalyst of the evaporated fraction (10) of the flow of DEC good for cracking. The invention also relates to a facility for implementing such a method.

(57) Abrégé : La présente invention concerne un procédé de production de 1,2-dichloroéthane liquide (DCE), obtenu par chloration directe froide de l'éthylène, en présence d'un catalyseur du type acide de Lewis, permettant d'obtenir, après séparation du catalyseur, du DCE de pureté suffisante pour donner par craquage du chlorure de vinyle monomère (CVM); caractérisé en ce qu'il comporte une étape de déchloration (5) du flux de DCE liquide (4) sortant du réacteur de chloration (1), permettant d'éliminer le chlore dissous en excès, suivie d'une étape d'évaporation directe (9) sur la totalité du flux de DCE liquide (8) sortant dudit réacteur, permettant la séparation du catalyseur de la fraction évaporée (10) du flux de DCE bon pour craquage. L'invention se rapporte également à l'installation pour la mise en oeuvre d'un tel procédé.

WO 2008/007012 A2

**PROCEDE D'OBTENTION DE 1,2-DICHLOROETHANE PAR CHLORATION
DIRECTE AVEC ETAPE DE SEPARATION DU CATALYSEUR PAR EVAPORATION
DIRECTE, ET INSTALLATION POUR SA MISE EN OEUVRE**

5 La présente invention se rapporte à un nouveau procédé de production de 1,2-dichloroéthane liquide (dénommé par la suite DCE), obtenu par chloration directe froide de l'éthylène par le chlore, en présence d'un catalyseur du type acide de Lewis, permettant d'obtenir par évaporation directe, après séparation du catalyseur, du DCE de qualité pure pour crackage (craquage thermique) en Chlorure de vinyle
10 monomère(CVM). L'invention concerne aussi une installation pour sa mise en œuvre.

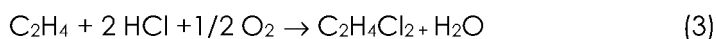
La réaction de chloration directe de l'éthylène en phase liquide, est la suivante :



15

Le craquage thermique du DCE pour obtenir du CVM a lieu selon la réaction suivante : $\text{C}_2\text{H}_4\text{Cl}_2 \rightarrow \text{C}_2\text{H}_3\text{Cl}$ (CVM) + HCl (2)

Une autre réaction dite d'oxychloration permet de valoriser l'HCl produit et
20 d'obtenir du DCE selon (3) :



Les deux principaux procédés industriels de production de DCE, bien connus dans l'état de la technique, utilisés actuellement sont :

- 25 - le procédé par chloration directe froide (à température inférieure ou égale à 80°C) à partir d'éthylène et de chlore, et sous une pression de 1 à 2 bar, en particulier dans un réacteur en boucle, en présence d'un catalyseur à base de FeCl₃, formé in situ ; la réaction a lieu dans du DCE liquide en présence de Cl₂ dissous. Après déchloration à la soude et lavage à l'eau pour en éliminer le catalyseur, le DCE
30 brut est distillé dans plusieurs colonnes pour atteindre la pureté requise (>99, 5%) pour le craquage ; et
- le procédé par chloration à haute température (température supérieure à 80°C), à partir de d'éthylène et de chlore, et sous une pression telle que le DCE produit peut être directement récupéré en phase gazeuse (exempt du catalyseur) soit par
35 ébullition , soit par détente; toutefois, le DCE obtenu dans ces conditions nécessite

généralement des étapes de distillation complémentaire pour atteindre la qualité pure pour cracking.

Ces procédés sont en particulier décrits dans les documents suivants.

5 Le document DE 33 47 153 décrit un procédé de production de DCE par chloration directe froide à partir d'éthylène et de chlore, en présence d'un catalyseur à base de FeCl_3 et d'amine, dans lequel le produit obtenu passe dans une colonne de distillation afin d'obtenir du DCE ayant une pureté de 99,9%, une partie du pied de colonne contenant du catalyseur étant recyclée au réacteur. On n'évite pas l'étape
10 de distillation.

Le document WO 96/03361 ou EP 772 576, décrit un procédé et un dispositif pour la production de DCE par chloration directe à partir d'éthylène et de chlore, en présence d'un catalyseur à base de FeCl_3 et de NaCl ; le courant principal de DCE sortant du réacteur est recyclé vers celui-ci, tandis qu'une partie du DCE est vaporisée
15 par détente, la partie vapeur étant exempte de catalyseur et possédant après condensation et récupération de sa chaleur de vaporisation une pureté d'au moins 99,9%, alors que la partie liquide de DCE (au détendeur) est recyclée au réacteur. L'exemple de réalisation indique une température de chloration de 90°C, il ne s'agit donc pas de chloration directe froide.

20 Le document WO 01/21564 ou EP 1 214 279 décrit un procédé de récupération de chaleur pendant la production de DCE par chloration directe à haute température à partir d'éthylène et de chlore; les vapeurs de DCE sortant du réacteur sont comprimées et servent à alimenter des évaporateurs de colonnes de séchage et/ou de distillation du DCE ou des échangeurs de chaleur. Il ne s'agit donc pas de
25 chloration directe froide.

En outre, le document **EP 0795 531** au nom de la demanderesse décrit un procédé de transformation des sous-produits légers ayant un point d'ébullition très proche de celui du DCE (83,7°C à pression atmosphérique) formés lors du craquage thermique du DCE, dans lequel la chloration desdits sous-produits légers s'effectue
30 directement après le réacteur de chloration directe, en présence des produits de ce réacteur, à une température comprise entre 20°C et 80°C, avec du chlore moléculaire. Il ne s'agit pas de chloration directe froide.

Le document DE 199 16 753 ou EP1044950 décrit dans un procédé de production de DCE par chloration directe à température comprise entre 75 et 125 °C, à
35 partir d'éthylène et de chlore, avec récupération de la chaleur de réaction de chloration, pour chauffer des colonnes à distiller du DCE provenant de l'oxychloration

et du craquage. Aucune indication n'est donnée sur le traitement du DCE obtenu par chloration directe et il ne s'agit pas de chloration directe froide.

Un des problèmes majeurs rencontrés dans le procédé de production de 1,2-dichloroéthane (DCE), obtenu par chloration directe froide, à savoir la séparation
5 d'une part du DCE de qualité pure pour craquage, et d'autre part du catalyseur, n'est résolu dans les différents documents cités, qu'en utilisant plusieurs étapes, d'une part de lavage à l'eau du DCE brut pour en éliminer le catalyseur (FeCl_3), et d'autre part de distillation du DCE humide, coûteuses à la fois en installations et en énergie thermique.

Un autre problème est qu'il est nécessaire de travailler en excès de Chlore pour
10 atteindre une bonne productivité (de 500 à 1500 ppm de Cl_2 dissous dans le DCE) et à faible niveau d'énergie, ce qui interdit d'utiliser tout procédé d'obtention de DCE bon pour cracking par simple détente du mélange sortant du réacteur.

De manière surprenante, la demanderesse a trouvé une solution satisfaisante à ces problèmes en combinant des étapes de déchloration et d'évaporation directe
15 nécessitant un apport d'énergie, du flux de DCE brut permettant la séparation du catalyseur et du DCE pur (ou bon) pour craquage.

L'étape de déchloration permet l'élimination du chlore en excès dissous dans le flux de DCE sortant du réacteur de chloration directe.

Les étapes d'évaporation puis de condensation peuvent être réalisées par la
20 mise en œuvre de systèmes permettant des économies d'énergie, tels que la compression mécanique des vapeurs ou l'évaporation à multiples effets, avec des réductions de consommation de vapeur considérables.

Un autre avantage de ce procédé est que le catalyseur ainsi séparé, peut être recyclé au réacteur de chloration directe de l'éthylène par le chlore, fonctionnant
25 alors avec un excès moindre de chlore, ce qui entraîne moins de corrosion du réacteur, une amélioration de la qualité du DCE brut sortant de celui-ci, ainsi qu'une amélioration de la productivité.

Un autre avantage est qu'une purge du DCE recyclé contenant le catalyseur peut être également utilisée pour améliorer la chloration des sous-produits légers
30 formés lors du craquage thermique du DCE.

Ce procédé présente enfin l'intérêt de pouvoir s'intégrer dans un projet d'amélioration ou d'augmentation de capacité d'une installation existante, en libérant de la capacité sur le train de distillation en place, de façon relativement simple, et en diminuant les effluents aqueux provenant du lavage du DCE brut.

35 La présente invention a pour objet un procédé de production de 1,2-dichloroéthane liquide (DCE), obtenu par chloration directe froide de l'éthylène, en

présence d'un catalyseur du type acide de Lewis, permettant d'obtenir après séparation du catalyseur, du DCE de pureté suffisante pour donner par craquage du chlorure de vinyle monomère (CVM); caractérisé en ce qu'il comporte une étape de déchloration du flux de DCE liquide sortant du réacteur de chloration, permettant
5 d'éliminer le chlore dissous en excès, suivie d'une étape d'évaporation directe sur la totalité du flux de DCE liquide sortant du réacteur, permettant la séparation du catalyseur de la fraction évaporée du flux de DCE bon pour craquage.

Selon l'invention, l'étape de déchloration permettant l'élimination du chlore en excès dissous dans le flux de DCE liquide sortant du réacteur de chloration directe, est
10 réalisée soit par réaction chimique par introduction d'éthylène dans ce flux de DCE liquide, soit par stripping par un gaz inerte.

Lors de l'étape d'évaporation du flux de DCE liquide, une fraction du DCE liquide reste en contact avec le catalyseur en pied d'évaporation, de manière à être recyclée en tout ou partie au réacteur de chloration directe.

Selon l'invention, dans l'étape d'évaporation, le DCE liquide est porté à une
15 température de vaporisation comprise entre 75°C (sous une pression de 0.77 bar soit 0.077 MPa) et 120°C (sous une pression de 2.8 bar soit 0.28 MPa), et de préférence à une température d'environ 84 °C sous une pression de 1 bar (0.1MPa).

Selon une première variante préférée de l'invention, à la suite de l'étape
20 d'évaporation, les vapeurs de DCE subissent une compression mécanique, de préférence à une pression allant de 1.1 à 2.8 bar (soit 0.11 à 0.28 MPa), et plus particulièrement à environ 1,6 bar (0.16 MPa) et une condensation à une température comprise entre 85 et 120°C, et plus particulièrement à environ 106°C, permettant de récupérer l'énergie de condensation. Cette énergie peut être avantageusement
25 utilisée pour la vaporisation du DCE.

Selon une autre variante de réalisation, les étapes d'évaporation et de condensation du DCE sont réalisées en particulier par des échangeurs de chaleur du type à multiples effets.

Dans une variante de réalisation selon l'invention, les étapes d'évaporation et
30 de condensation se poursuivent par une étape d'épuration secondaire du DCE. En particulier, cette étape d'épuration secondaire du DCE, permet la séparation des composés légers comme l'éthylène et le chlorure d'éthyle, pouvant avoir un effet néfaste, selon les conditions du craquage, pour le craquage thermique de la fraction liquide de DCE purifié bon pour craquage.

De préférence, une partie de la fraction liquide de DCE du pied de l'évaporation enrichie en catalyseur (dite purge) est utilisée pour la chloration des sous-produits légers obtenus dans l'étape de craquage du DCE.

Parmi ces sous-produits légers, on citera notamment les hydrocarbures aliphatiques insaturés, tels que le benzène, le chloroprène ou le trichloréthylène. Ces produits étant difficilement séparables du DCE par distillation.

De manière préférée, le catalyseur du type acide de Lewis est à base de chlorure ferrique (FeCl₃).

La présente invention a également pour objet une installation pour la mise en œuvre du procédé précédemment décrit, qui comporte après un réacteur (1) de chloration directe froide, alimenté en chlore (2) et éthylène (3), une capacité de déchloration (5) par introduction d'éthylène (6) dans le flux de DCE liquide brut (4) sortant du réacteur, suivi d'un dispositif d'évaporation (9), dont l'entrée (8) est alimentée par la totalité dudit flux de DCE liquide déchloré sortant dudit réacteur (1), dont la sortie (11) correspond au DCE liquide, concentré en catalyseur, qui est recyclé en tout ou partie (12) au réacteur (1), et dont la sortie (10) correspond au DCE vaporisé bon pour craquage.

En particulier, le dispositif d'évaporation (9) se compose de tout dispositif comprenant un échangeur de chaleur fournissant l'énergie nécessaire de vaporisation du DCE.

Selon un premier mode de réalisation préféré, les vapeurs de DCE sortant en (10) sont comprimées mécaniquement et condensées dans un dispositif (15), comprenant un compresseur fonctionnant à une pression de refoulement comprise entre 1.1 et 2.8 bar (soit entre 0.11 et 0.28 MPa), et en particulier d'environ 1,6 bar (0.16 MPa).

Selon un deuxième mode de réalisation préféré, les dispositifs d'évaporation (9) et de condensation (15) compose d'une série d'échangeurs de chaleur du type à multiples effets.

De manière avantageuse, le flux de DCE liquide et de gaz (18) sortant du dispositif de condensation (15) subit un traitement dans un dispositif d'épuration secondaire (19), comportant en particulier au moins une colonne de distillation ou de strippage par des gaz inertes, pour éliminer les gaz (21) tels que l'éthylène, le chlorure d'hydrogène et le chlorure d'éthyle et fournir du DCE (20) encore plus pur pour craquage.

Par ailleurs, une partie (13) du DCE liquide concentré en catalyseur (11) issu du dispositif d'évaporation (9) est introduite dans un réacteur de chloration (14) des sous-

produits légers (17) issus de l'étape de craquage du DCE en CVM, avec alimentation en chlore (16), dont les produits (22) après lavages et distillation permettent de récupérer du DCE pur.

Dans le premier mode de réalisation selon l'invention, avec compression
5 mécanique des vapeurs de DCE, les gains obtenus en économie de vapeur du fait que le DCE provenant de la chloration directe ne traverse plus les colonnes de distillation traditionnelles sont très supérieurs aux dépenses en électricité dues au compresseur.

Pour une unité de chloration directe froide produisant 50 t/h de DCE, le bilan comparatif énergétique entre le procédé classique de lavage distillation et le procédé
10 selon l'invention fait ressortir une économie d'au moins 13t/h de vapeur.

Qualité DCE obtenu :

- DCE : 99,91% poids
- EtCl (chlorure d'éthyle): 25 ppm poids
- T112 (1,1,2-trichloroéthane): 800 ppm poids

15 **Exemple de réalisation industrielle**

Cet exemple est décrit en se rapportant à la figure 1 ci-après, illustrant de façon schématique le procédé et le dispositif selon un mode de réalisation préféré del'invention.

La production de 1,2-dichloroéthane (DCE), est réalisée dans un réacteur en
20 boucle (1), par chloration directe froide à T=62,4 °C et P=1,3 bar (0.13 MPa) à partir d'éthylène (2), débit 7242 Kg/h et de chlore en excès (3), débit 18590 Kg/h, en présence d'un catalyseur à base de FeCl₃, quantité 170 ppm. Le flux sortant (4), débit 59862 Kg/h, dudit réacteur (1) comporte du DCE brut, en mélange avec du FeCl₃, du chlore, du chlorure d'éthyle et du 1,1,2-trichloroéthane (T112).

25 Ce flux (4) est ensuite envoyé dans une capacité de déchloration (5) avec introduction d'éthylène (6), débit 64Kg/h, une partie de l'éthylène non consommé étant extraite en (7) avec du DCE à la tension de vapeur, débit10Kg/h, et recyclée vers une unité de chloration des sous-produits « légers » (14), qui sera détaillée ci-après.

Le flux sortant (8) de cette capacité de déchloration (5), qui contient toujours
30 les mêmes sous-produits en mélange avec le DCE, sauf le chlore, est introduit dans un dispositif d'évaporation (9), dont la sortie en phase vapeur de DCE (10), débit 52711 kg/h , T=84°C, P = 1bar (0.1 MPa), est introduite dans un dispositif de condensation (15), et dont la sortie en phase liquide (11) du DCE, concentré en catalyseur, débit 12177 Kg/h, est recyclée en partie (12), débit10177 kg/h, au réacteur de chloration directe
35 (1).

A la sortie (18) du dispositif de condensation (15), les débits en DCE, C₂H₄, EtCl et T112 sont respectivement de 48635 – 44 – 8 – et 39 kg/h; l'ensemble est ensuite envoyé dans un dispositif d'épuration secondaire (19) comportant en particulier une colonne de distillation ou de stripping par des gaz inertes, pour éliminer les gaz (21) tels que l'éthylène dont le débit est de 44 Kg/h et le chlorure d'éthyle, débit 7Kg/h, et fournir du DCE (20) pur pour craquage, au débit de 47593 Kg/h.

L'unité de chloration des sous-produits « légers » (14), est alimentée par une partie dite purge (13) provenant du dispositif d'évaporation (9) du DCE, débit 1994 kg/h, contenant du FeCl₃, 840 ppm, et du T112, débit 4 Kg/h, ainsi que par du Cl₂ (16), débit 200 Kg/h, et des composés légers (17), débit 3000 Kg/h, issus de l'étape de craquage du DCE en CVM, après passage dans une colonne à distiller; les produits (22) sortant de cette unité, après lavage et distillation permettent de récupérer du DCE bon pour craquage.

Exemple de fonctionnement au laboratoire de la chloration avec évaporation directe.

Dans un mini chloreur en verre de volume de 300cc muni d'une éprouvette de fer, on introduit en continu sur un pied de DCE liquide du chlore à un débit fixe de 10l/h, de l'éthylène à un débit réglé autour de 10-11 l/h, de l'air à un débit de 1l/h et de l'azote à 9l/h. Le débit d'éthylène est réglé de façon à stabiliser la teneur en chlore dans le réacteur à une valeur choisie.

La chloration en continu est conduite à 60°C

Le DCE produit est récupéré par débordement, puis il est déchloré par un stripping à l'azote et enfin il est envoyé vers un évaporateur chauffé: le DCE évaporé puis recondensé représente la production, le pied de l'évaporateur est soit stocké soit envoyé vers le chloreur.

L'essai se déroule en deux étapes:

Première étape: durée de 110h sans recyclage du pied de l'évaporateur vers le chloreur

Chlore dissous dans le chloreur = 1000ppm

Ethylène dans les événements = 1% (volume)

FeCl₃ dans le chloreur entre 85 et 115 ppm

Deuxième étape: durée de 392h avec recyclage du pied de l'évaporateur vers le chloreur.

La teneur en FeCl₃ dans le chloreur augmente peu à peu pour atteindre 380 ppm en fin d'essai. L'effet de la teneur en fer est sensible dès le début du recyclage: pour maintenir la teneur de 1% d'éthylène dans les événements, on doit travailler à 600ppm

de chlore dissous dans le chloreur.

Le tableau 1 ci dessous présente la composition du chloreur au cours de l'essai et la pureté du DCE produit par le procédé (déterminée par Chromatographie en phase gazeuse : CPG, exprimée en % poids), avec la teneur en T112, exprimée en % poids. La pureté du DCE est stable et correspond à celle du DCE bon pour crackage.

Tableau 1

Détails	Heures	Pureté CPG	% T112	Détails	Pureté CPG	% T112
DCE réacteur	120	99,89	0,063	DCE production	99,98	0,021
	144	99,90	0,057		99,96	0,032
	168	99,90	0,052		99,96	0,030
	192	99,86	0,067		99,94	0,048
	264	99,85	0,059		99,96	0,033
	312	99,80	0,067		99,95	0,039
	336	99,77	0,08		99,94	0,044
	360	99,76	0,080		99,94	0,049
	384	99,76	0,078		99,94	0,046
	432	99,66	0,092		99,92	0,056
	480	99,76	0,062		99,95	0,033
	503	99,73	0,069		99,95	0,034

REVENDICATIONS

1. Procédé de production de 1,2-dichloroéthane liquide (DCE), obtenu par chloration directe froide de l'éthylène, en présence d'un catalyseur du type acide de Lewis, permettant d'obtenir, après séparation du catalyseur, du DCE de pureté suffisante pour donner par craquage du chlorure de vinyle monomère (CVM) ; caractérisé en ce qu'il comporte une étape de déchloration du flux de DCE liquide sortant du réacteur de chloration, permettant d'éliminer le chlore dissous en excès, suivie d'une étape d'évaporation directe sur la totalité du flux de DCE liquide sortant dudit réacteur, permettant la séparation du catalyseur de la fraction évaporée du flux de DCE bon pour craquage.
2. Procédé selon la revendication 1, caractérisé en ce que l'étape de déchloration du flux de DCE liquide sortant du réacteur de chloration, est réalisée soit par réaction chimique par introduction d'éthylène dans ce flux de DCE liquide, soit par strippage par un gaz inerte.
3. Procédé selon l'une des revendications 1 et 2, caractérisé en ce que lors de l'étape d'évaporation du flux de DCE liquide, une fraction du DCE liquide est enrichie en catalyseur en pied d'évaporation, de manière à être recyclée en tout ou partie au réacteur de chloration directe.
4. Procédé selon l'une des revendications 1 à 3, caractérisé en ce que dans l'étape d'évaporation, le DCE liquide est porté à une température de vaporisation comprise entre 75°C (sous une pression de 0.77 bar soit 0.077 MPa) et 120°C (sous une pression de 2.8 bar soit 0.28 MPa), et de préférence à une température de vaporisation d'environ 84 °C sous une pression de 1 bar (0.1MPa).
5. Procédé selon l'une des revendications 1 à 4, caractérisé en ce qu'à la suite de l'étape d'évaporation, les vapeurs de DCE, subissent une compression mécanique, à une pression allant de 1.1 à 2.8 bar (soit 0.11 à 0.28 MPa), et plus particulièrement à environ 1,6 bar (0.16 MPa), et une condensation à une température comprise entre 85 et 120°C, et de préférence à une température d'environ 106°C.

6. Procédé selon l'une des revendications 1 à 4, caractérisé en ce que les étapes d'évaporation et de condensation du DCE sont réalisées en particulier par des échangeurs de chaleur du type à multiples effets.
- 5 7. Procédé selon l'une quelconque des revendications précédentes, caractérisé en ce qu'il comporte en outre une étape d'épuration secondaire du DCE, qui permet la séparation des composés légers tels que l'éthylène et le chlorure d'éthyle, par distillation ou stripping.
- 10 8. Procédé selon l'une des revendications précédentes, caractérisé en ce que une partie de la fraction liquide de DCE du pied de l'évaporation enrichie en catalyseur (purge) est utilisée pour la chloration des sous-produits légers obtenus dans l'étape de craquage du DCE.
- 15 9. Installation pour la mise en œuvre du procédé selon l'une quelconque des revendications précédentes, caractérisée en ce qu'elle comporte après un réacteur (1) de chloration directe froide, alimenté en chlore (2) et éthylène (3), une capacité de déchloration (5) par introduction d'éthylène (6) dans le flux de DCE brut (4) issu du réacteur, suivi d'un dispositif d'évaporation (9), dont l'entrée
20 est alimentée par la totalité dudit flux de DCE (8) déchloré sortant dudit réacteur (1), dont la sortie en phase liquide (11) du DCE, concentré en catalyseur, est recyclée en tout ou partie (12) au réacteur (1), et dont la sortie (10) correspond au flux de DCE vaporisé bon pour craquage.
- 25 10. Installation selon la revendication 9, caractérisée en ce que le dispositif d'évaporation (9) se compose de tout dispositif comprenant un échangeur de chaleur fournissant l'énergie nécessaire de vaporisation du DCE.
- 30 11. Installation selon les revendications 9 et 10, caractérisée en ce que les vapeurs de DCE (10) sortant du dispositif d'évaporation (9), sont comprimées mécaniquement et condensées dans un dispositif (15), comprenant un compresseur fonctionnant à une pression de refoulement comprise entre 1.1 et 2.8 bar (soit 0.11 à 0.28 MPa), et en particulier d'environ 1,6 bar (0.16 MPa).

12. Installation selon les revendications 9 et 10, caractérisée en ce que les dispositifs d'évaporation (9) et de condensation (15) se composent d'une série d'échangeurs du type multiples effets.
- 5 13. Installation selon les revendications 11 et 12, caractérisée en ce que le flux de DCE liquide (18) sortant du dispositif de condensation (15) subit un traitement dans un dispositif d'épuration secondaire (19), comportant en particulier une colonne de distillation ou de strippage par des gaz inertes, pour éliminer les gaz (21) tels que l'éthylène et le chlorure d'éthyle et fournir du DCE (20) pur pour
10 craquage.
14. Installation selon l'une des revendications 9 à 13, caractérisée en ce qu'une partie (13) du DCE liquide concentré en catalyseur (11) issu du dispositif d'évaporation (9) est introduite dans un réacteur de chloration(14) des sous-
15 produits légers (17) issus de l'étape de craquage du DCE en CVM, dont les produits gazeux (22) après lavage et distillation permettent de récupérer du DCE bon pour craquage.

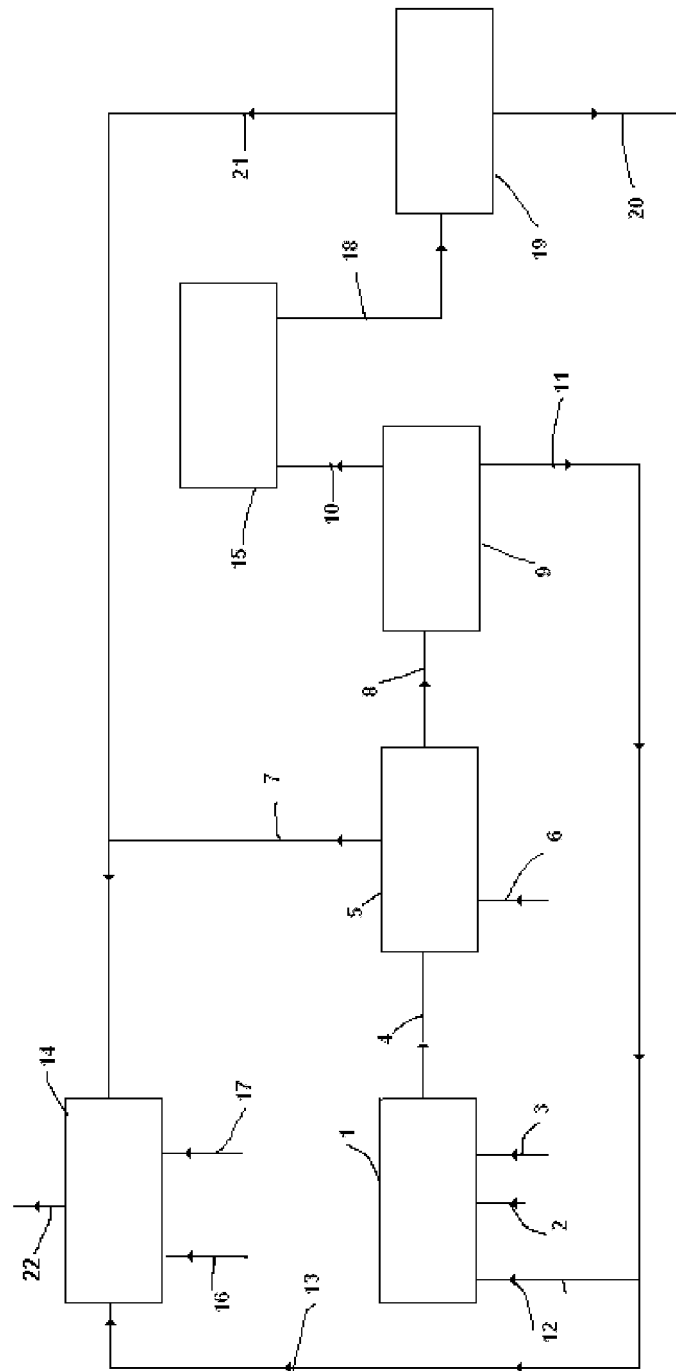


Fig.1