



(86) Date de dépôt PCT/PCT Filing Date: 1998/11/23
(87) Date publication PCT/PCT Publication Date: 1999/06/10
(45) Date de délivrance/Issue Date: 2005/06/14
(85) Entrée phase nationale/National Entry: 2000/06/01
(86) N° demande PCT/PCT Application No.: FR 1998/002495
(87) N° publication PCT/PCT Publication No.: 1999/028279
(30) Priorité/Priority: 1997/12/02 (97/15161) FR

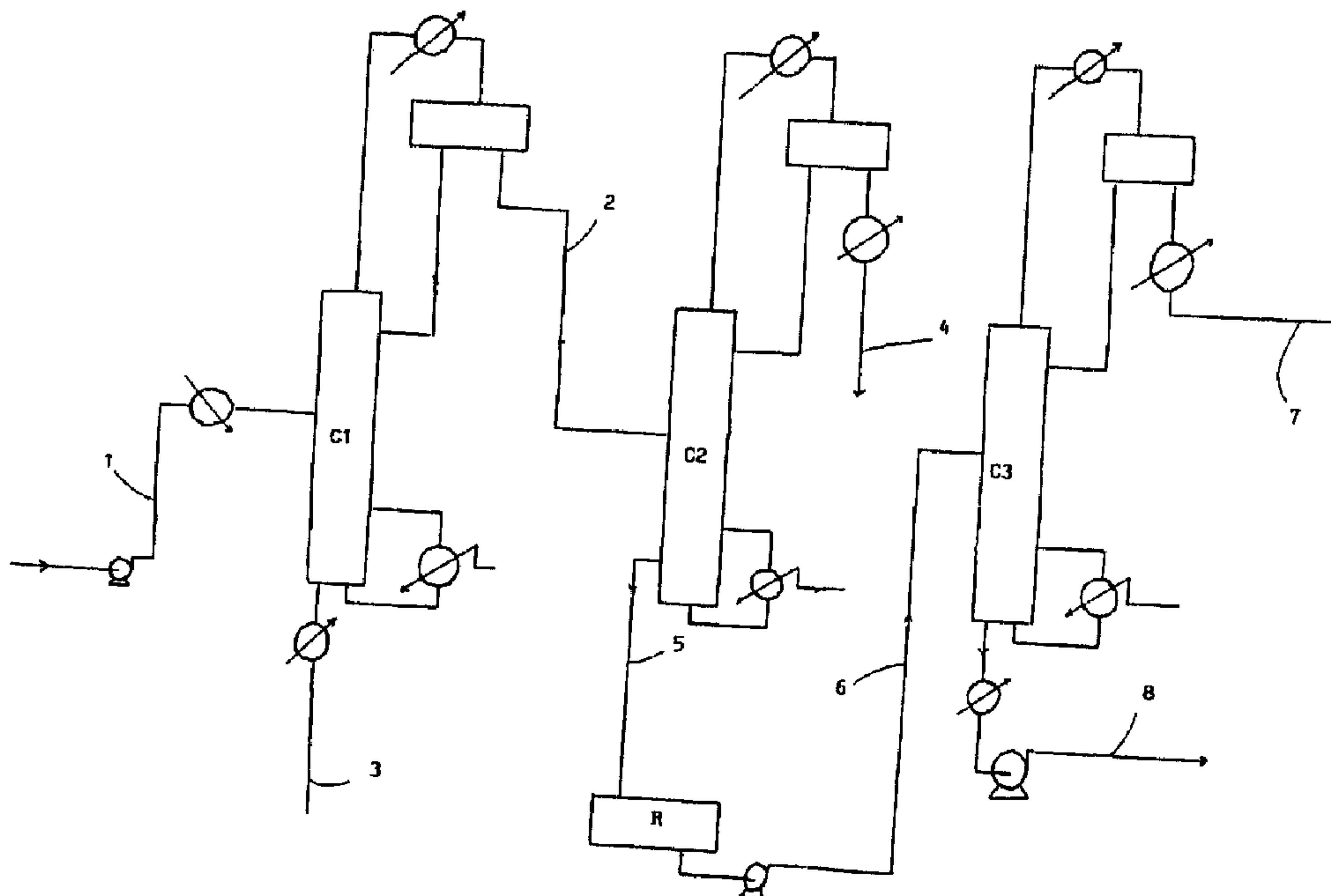
(51) Cl.Int.⁶/Int.Cl.⁶ C07C 13/42, C07C 7/04

(72) Inventeurs/Inventors:
KOTWICA, ROLAND, FR;
MARBACH, ANDRE, FR

(73) Propriétaire/Owner:
ATOFINA, FR

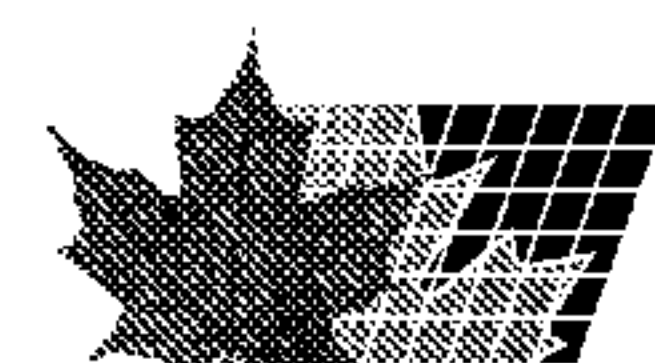
(74) Agent: OGILVY RENAULT

(54) Titre : PROCEDE DE PURIFICATION DU NORBORNENE PAR DISTILLATION
(54) Title: METHOD FOR PURIFYING NORBORNENE BY DISTILLATION



(57) Abrégé/Abstract:

L'invention concerne un procédé de purification du norbornène obtenu par réaction du dicyclopentadiène ou du cyclopentadiène et de l'éthylène, conduisant à un mélange brut réactionnel contenant des impuretés légères, dont les températures d'ébullition sont inférieures à celle du norbornène; des impuretés mi-lourdes, dont les températures sont comprises entre celle du norbornène et celle de l'éthyl norbornène; et des impuretés lourdes, dont les températures sont supérieures à celles de l'éthyl norbornène, celui-ci étant inclus dans les impuretés lourdes. Le procédé selon l'invention est caractérisé par le fait que l'on effectue une première distillation du mélange brut réactionnel dans une première colonne d'épuration, éliminant une partie des impuretés lourdes et une partie des impuretés mi-lourdes, puis une seconde distillation du mélange brut ainsi épuré dans une colonne d'étépuration, éliminant les impuretés légères, et ensuite une troisième distillation du mélange ainsi étépé dans une seconde colonne d'épuration, éliminant le reste des impuretés lourdes et mi-lourdes. Un tel procédé permet d'obtenir une qualité régulière de norbornène la plus exempte possible de lourds et de légers métaux résiduels, sans perte excessive de produit.



ABRÉGÉ

L'invention concerne un procédé de purification du norbornène obtenu par réaction du dicyclopentadiène ou du cyclopentadiène et de l'éthylène, conduisant à un mélange brut réactionnel contenant des impuretés légères, dont les températures d'ébullition sont inférieures à celle du norbornène; des impuretés mi-lourdes, dont les températures sont comprises entre celle du norbornène et celle de l'éthyl norbornène; et des impuretés lourdes, dont les températures sont supérieures à celles de l'éthyl norbornène, celui-ci étant inclus dans les impuretés lourdes. Le procédé selon l'invention est caractérisé par le fait que l'on effectue une première distillation du mélange brut réactionnel dans une première colonne d'épuration, éliminant une partie des impuretés lourdes et une partie des impuretés mi-lourdes, puis une seconde distillation du mélange brut ainsi épuré dans une colonne d'écoulement, éliminant les impuretés légères, et ensuite une troisième distillation du mélange ainsi épuré dans une seconde colonne d'épuration, éliminant le reste des impuretés lourdes et mi-lourdes. Un tel procédé permet d'obtenir une qualité régulière de norbornène la plus exempte possible de lourds et de légers métaux résiduels, sans perte excessive de produit.

PROCÉDÉ DE PURIFICATION DU NORBORNÈNE PAR DISTILLATION

La présente invention porte sur un procédé de purification du norbornène par distillation.

La synthèse du norbornène à partir de
5 dicyclopentadiène (DCPD) ou de cyclopentadiène (CPD) et d'éthylène donne un norbornène brut contenant des impuretés telles que le DCPD, le diméthanoctahydronaphtalène (DMON), le CPD, etc...; ces impuretés seront décrites plus en détail ci-après. La séparation de ces impuretés à partir
10 du norbornène est compliquée du fait des nombreuses réactions équilibrées existant entre ces produits : toute distillation d'un brut de synthèse conduit à une distillation réactive.

Le brevet américain No. 3.007.977 décrit un
15 procédé de purification du norbornène à partir d'un mélange réactionnel obtenu par réaction de l'éthylène avec le CPD et le DCPD, le mélange réactionnel comprenant du CPD n'ayant pas réagi et du norbornène. Ce procédé comprend les étapes consistant à :

- 20 - dans une première zone de fractionnement, fractionner le mélange réactionnel pour obtenir, en tant que fraction intermédiaire, du norbornène avec des quantités mineures de CPD, et rejeter le DCPD de la zone de fractionnement ;
- 25 - dans une seconde zone de fractionnement, fractionner la fraction intermédiaire en une fraction de tête comprenant du CPD et du norbornène et en une fraction comprenant essentiellement du norbornène.

Conformément à ce brevet américain No. 3.007.977,
30 il est donc fait appel, pour la purification d'un brut de synthèse du norbornène, à un système basé sur deux colonnes

de distillation. Ce système est un système de base dans lequel le norbornène est successivement équeuté, puis étêté. L'équilibre DCPD/CPD rend cependant un tel système peu efficace. En effet, le CPD formé dans la première
5 colonne lors du chauffage de la charge se retrouve dans la fraction de tête. La température de la seconde colonne de distillation étant plus faible, la réaction en retour conduit à un norbornène contenant des lourds résiduels, tels que DCPD, DMON, etc. De plus, le produit obtenu dans
10 ce pied de colonne est coloré, ce qui en limite les applications.

La demande française publiée No. 2.438.639 décrit un procédé de fabrication du norbornène à partir des produits de la réaction de synthèse de norbornène entre
15 DCPD ou CPD et éthylène. Conformément à un premier mode de réalisation illustré par la Figure 1 de cette demande, on introduit le brut de synthèse dans une première colonne de distillation, dont le produit de tête est, après condensation, mis à réagir à 70°C avec un temps de séjour
20 moyen d'une heure pour dimériser le CPD en DCPD, puis réintroduit dans la colonne. Le mélange des produits qui tombe dans le pied de colonne à 105°C est introduit dans une seconde colonne de distillation, le produit contenant le norbornène étant vaporisé et tous les composés lourds
25 étant soutirés comme produit de pied de colonne.

Conformément à un second mode de réalisation illustré par la Figure 2 de la demande française publiée No. 2.438.639, on introduit le brut de synthèse dans une première colonne de distillation, où, à 112°C et avec un
30 temps de séjour moyen d'environ 30 heures, une grande partie du produit contenant le norbornène est vaporisée,

les composants lourds étant soutirés comme produits de pied de colonne et contenant du norbornène dans une très grande proportion. Le produit de tête est amené dans une seconde colonne de distillation, où l'on obtient en tête, du
5 norbornène contenant encore des fractions de dicyclopentadiène, et, en pied, du norbornène de haute pureté.

L'inconvénient des deux systèmes décrits ci-dessus, sans étêtage, réside dans la présence d'impuretés
10 légères, telles que l'isoprène, dont l'origine est le DCPD de départ, impuretés qui ne sont pas séparées du norbornène. Cette présence d'impuretés oblige à utiliser des qualités spéciales de DCPD si l'on désire obtenir du norbornène de haute pureté.

15 Dans les procédés selon le brevet américain No. 3.007.977 et la demande française publiée No. 2.438.639, la pureté obtenue pour le norbornène est fonction, non seulement des taux de reflux et des températures, mais encore de la charge globale des colonnes. En effet, la
20 monomérisation du DCPD n'est pas immédiate, si bien que la composition est influencée également par les temps de séjour des produits dans les colonnes.

La présente invention a pour but de proposer un procédé de purification du norbornène par distillation qui
25 ne comporte plus aucun des inconvénients des procédés de la technique antérieure et qui permette d'opérer industriellement pour l'obtention d'un norbornène de qualité satisfaisante.

Conformément à la présente invention, ce but est
30 atteint, autrement dit, une qualité régulière de norbornène la plus exempte possible de lourds et de légers résiduels

peut être obtenue, sans perte excessive de produit, par un procédé mettant en jeu trois colonnes de distillation successives.

La présente invention a donc pour objet un
5 procédé de purification du norbornène obtenu par la réaction du dicyclopentadiène ou du cyclopentadiène et de l'éthylène, conduisant à un mélange brut réactionnel contenant :

- 10 - des impuretés légères, dont les températures d'ébullition sont inférieures à celle du norbornène ;
- des impuretés mi-lourdes, dont les températures sont comprises entre celle du norbornène et celle de l'éthyl norbornène ; et
- 15 - des impuretés lourdes, dont les températures sont supérieures à celles de l'éthyl norbornène, celui-ci étant par ailleurs inclus dans les impuretés lourdes.

Le procédé selon l'invention est caractérisé par le fait que l'on effectue une première distillation du mélange brut réactionnel dans une première colonne d'équeutage,
20 éliminant une partie des impuretés lourdes et une partie des impuretés mi-lourdes, puis une seconde distillation du mélange brut ainsi équeuté dans une colonne d'étêtage, éliminant les impuretés légères, et ensuite une troisième distillation du mélange ainsi étêté dans une seconde
25 colonne d'équeutage, éliminant le reste des impuretés lourdes et mi-lourdes.

On peut par ailleurs poursuivre, dans un réservoir interposé entre la colonne d'étêtage et la seconde colonne d'équeutage, la recombinaison du
30 cyclopentadiène en dicyclopentadiène qui commence dans la

colonne d'équeutage et se poursuit dans la première colonne d'étêtage.

De façon particulièrement préférée, on recycle à l'entrée de la première colonne d'équeutage le flux de pied
5 de la seconde colonne d'équeutage.

On va maintenant décrire plus en détail un mode de réalisation préféré de l'invention, avec référence au dessin annexé dans lequel l'unique Figure est un schéma général d'une installation mettant en œuvre un procédé
10 conforme à l'invention.

L'installation illustré dans l'unique Figure comprend trois colonnes de distillation : une première colonne d'équeutage C1, une colonne d'étêtage C2 et une
15 seconde colonne d'équeutage C3.

Colonne d'équeutage C1

La colonne C1, garnie d'éléments de remplissage, a pour but d'éliminer une partie des lourds et des mi-lourds. Elle est alimentée par un flux 1 de norbornène
20 brut, lequel titre environ 85 à 98% en poids selon la qualité du DCPD ou du CPD/DCPD mis en réaction et les conditions de fonctionnement de la synthèse (rapport molaire, débit). Les impuretés, dont on trouvera une liste dans les Tableaux 1 et 2 ci-après, sont classées en :

- 25
- impuretés légères représentant 0,1 - 1% en poids;
 - impuretés mi-lourdes représentant 0,1 - 1% en poids;
 - et
 - impuretés lourdes représentant 1 - 15% en poids (pour 100% en poids au total).

La colonne C1 travaille à la pression atmosphérique, avec une température de pied de 100 à 160°C et une température de tête, de 95 à 110°C.

En tête de colonne, on obtient un flux 2 ayant la composition suivante (pour 100% en poids) :

- 0,1 - 2% en poids de légers ;
- 0,1 - 2% en poids de mi-lourds ; et
- 0 - 0,2% en poids de lourds,

le restant étant constitué par du norbornène.

En pied de colonne, on élimine un flux 3 ayant la composition suivante (pour 100% en poids) :

- 0 - 1% en poids de légers ;
- 1 - 5% en poids de mi-lourds ; et
- 50 - 80% en poids de lourds,

le restant étant constitué par du norbornène.

La colonne C1 permet d'éliminer, par exemple, dans le flux 3, environ 25 - 75% en poids des mi-lourds méthylnorbornènes, qui sont dus au méthylcyclopentadiène, impureté classique et inévitable du CPD, et environ 95-99% en poids des lourds (recombinaison du CPD en DCPD).

Colonne d'étêtage C2

La colonne C2, garnie d'éléments de remplissage, a pour but d'éliminer la majorité des légers.

Cette colonne travaille à la pression atmosphérique, avec une température de pied de 95 - 100°C et une température de tête de 94 - 100°C.

En tête, on obtient un flux 4 ayant la composition suivante (pour 100% en poids) :

- 2 - 10% en poids de légers ;
- 0 - 0,2% en poids de mi-lourds ; et

- 0 - 0,5% en poids de lourds,
le restant étant constitué par du norbornène.

Le flux 6 sortant du réservoir R en aval de la colonne C2, a la composition suivante (pour 100% en poids):

- 5 - 0 - 0,1% en poids de légers ;
- 0 - 0,5% en poids de mi-lourds ; et
- 0 - 0,1% en poids de lourds,
le restant étant constitué par du norbornène.

10 Colonne d'épuration C3

La colonne C3, garnie d'éléments de remplissage, a pour but d'éliminer le reste des lourds et des mi-lourds (méthylnorbornènes).

Elle travaille à la pression atmosphérique, avec
15 une température de pied de 95 - 100°C et avec une température de tête de 95 - 100°C.

En tête, on obtient le flux 7 recherché, ayant la composition suivante (pour 100% en poids) :

- 0 - 0,1% en poids de légers ;
20 - 0 - 0,5% en poids de mi-lourds ; et
- 0 - 0,1% en poids de lourds,
le restant étant constitué par du norbornène.

En pied, on obtient le flux 8 des lourds et mi-lourds, que l'on recycle dans le flux 1 et qui a la
25 composition suivante (pour 100% en poids):

- 0 - 0,1% en poids de légers ;
- 1 - 10% en poids de mi-lourds ; et
- 0 - 0,5% en poids de lourds,
le restant étant constitué par du norbornène.

30 Ainsi, le procédé selon la présente invention permet d'obtenir une qualité de norbornène meilleure que

les procédés antérieurs, avec l'avantage complémentaire que cette pureté supérieure est obtenue avec peu de pertes.

Les Exemples suivants illustrent la présente invention sans toutefois en limiter la portée.

5

Exemple 1

Dans la colonne C1, fonctionnant à la pression atmosphérique, à une température de pied de 132°C et de
10 tête de 98°C, on envoie 600 kg/h d'un flux 1 dont la composition est donnée dans le Tableau 1 ci-après. En tête de colonne C1, on renvoie une partie du flux distillé de façon à assurer un taux de soutirage de 0,86.

Les compositions des flux de tête 2 (564 kg/h) et
15 de pied 3 (36 kg/h) sont également données dans le Tableau 1.

Le flux 2 (564 kg/h) est adressé à la colonne de distillation C2, fonctionnant à la pression atmosphérique, à une température de tête de 94°C et à une température de
20 pied de 97°C. En tête de colonne C2, on renvoie une partie du flux distillé, de façon à assurer un taux de reflux/soutirage de 20,97.

La composition du flux de tête 4 (31 kg/h) est également donnée dans le Tableau 1.

25 Le flux 6 sortant du réservoir R (533 kg/h) a une composition également donnée dans le Tableau 1.

Le flux 6 est adressé à la colonne de distillation C3, fonctionnant à la pression atmosphérique, à une température de tête de 98°C et à une température de
30 pied de 99°C. En tête de colonne C3, on renvoie une partie

du flux distillé de façon à assurer un taux de reflux/soutirage de 1,67.

Les compositions du flux de tête 7 (430 kg/h) et du flux de pied 8 (103 kg/h) sont données dans le
5 Tableau 1.

Exemple 2

Dans la colonne C1, fonctionnant à la pression
10 atmosphérique, à une température de pied de 130°C et de tête de 99°C, on envoie 740 kg/h d'un flux 1 dont la composition est donnée dans le Tableau 2 ci-après.

En tête de colonne C1, on renvoie une partie du flux distillé de façon à assurer un taux de soutirage de
15 0,89.

Les compositions des flux de tête 2 (682 kg/h) et de pied 3 (58 kg/h) sont également données dans le Tableau 2.

Le flux 2 (682 kg/h) est adressé à la colonne de
20 distillation C2, fonctionnant à la pression atmosphérique, à une température de tête de 95,5°C et à une température de pied de 95,5°C. En tête de colonne C2, on renvoie une partie du flux distillé, de façon à assurer un taux de reflux/soutirage de 26,79.

25 La composition du flux de tête 4 (28 kg/h) est également donnée dans le Tableau 2.

Le flux 6 sortant du réservoir R (654 kg/h) a une composition également donnée dans le Tableau 2.

Le flux 6 est adressé à la colonne de
30 distillation C3, fonctionnant à la pression atmosphérique, à une température de tête de 99°C et à une température de

pied de 100°C. En tête de colonne C3, on renvoie une partie du flux distillé de façon à assurer un taux de reflux/soutirage de 1,13.

Les compositions du flux de tête 7 (610 kg/h) et
5 du flux de pied 8 (44 kg/h) sont données dans le Tableau 2.

Tableau 1

Composition (% en poids)	Colonne C1			Colonne C2			Colonne C3	
	Alimentation (1)	Tête (2)	Pied (3)	Tête (4)	Pied* (6)	Tête (7)	Pied (8)	
Ethylène + éthane	0,0444	0,0251	0	0,0402	0	0	0	
2-Méthyl-1,3-butadiène	0,0446	0,0481	0	0,7842	0	0	0	
Cyclopentadiène (CPD)	0,2246	0,2939	0,0067	3,8897	0,0003	0,0003	0,0007	
Cis-1,3-pentadiène	0,0538	0,0632	0	1,0147	0	0	0	
2-Méthyl-cyclopentadiène	0,0011	0,0009	0	0,0164	0	0	0	
Benzène	0,011	0,0121	0	0,1356	0,0041	0,0057	0,0003	
Cyclohexène	0,0074	0,0081	0	0,0364	0,006	0,0076	0,001	
Autres légers	0,0418	0,0657	0,0009	0,8553	0,0003	0,0014	0,0023	
Total Impuretés Légères	0,4287	0,5171	0,0076	6,7725	0,0107	0,015	0,0043	
Norbornène	93,3247	98,9023	26,9426	92,95	99,316	99,7461	97,85	
4-Méthyl- et 3-Méthyl-cyclohexène	0,0378	0,0295	0,0221	0,0152	0,0296	0,0201	0,0565	
1-Méthylnorbornène	0,1643	0,1614	0,206	0,0366	0,1698	0,0884	0,4187	
5-Méthylnorbornène	0,003	0,0021	0,0144	0	0,0022	0,0005	0,0082	
6-Méthylnorbornène	0,0034	0,0022	0,0189	0	0,0025	0,0004	0,0085	
2-Méthylnorbornène	0,3046	0,1892	1,6855	0,0119	0,2034	0,0213	0,756	
Autres mi-lourds	0,17	0,1581	0,3921	0,0296	0,1652	0,0552	0,4694	
Total Impuretés Mi-Lourdes	0,6831	0,5425	2,339	0,0933	0,5727	0,1859	1,7173	
Exo-dicyclopentadiène	0,2049	0,0003	2,647	0,0028	0,0005	0	0,0025	
Endo-dicyclopentadiène	0,5602	0,0105	6,7246	0,1739	0,0666	0	0,2773	
5-Méthyl- et 6-Méthyl-tétrahydroindène	1,5522	0,0008	19,8542	0	0,0009	0	0,0042	
Diméthanooctahydronaphtalène (DMON)	2,0612	0,002	26,3626	0,0065	0,0064	0	0,02	
Autres lourds	1,185	0,0244	15,1224	0,0015	0,0268	0,053	0,1249	
Total Impuretés Lourdes	5,5635	0,038	70,7108	0,1847	0,1012	0,053	0,4289	

* Flux sortant du réservoir R

Tableau 2

Composition (% en poids)	Colonne C1			Colonne C2			Colonne C3	
	Alimentation (1)	Tête (2)	Pied (3)	Tête (4)	Pied* (6)	Tête (7)	Pied (8)	
Ethylène + éthane	0,0148	0,0118	0	0,0202	0	0	0	
2-Méthyl-1,3-butadiène	0,0273	0,0295	0	0,5563	0	0	0	
Cyclopentadiène (CPD)	0,1372	0,1905	0,0056	2,6706	0,0005	0,0007	0,0003	
Cis-1,3-pentadiène	0,0314	0,0344	0	0,6719	0	0	0	
2-Méthyl-cyclopentadiène	0,0008	0,0011	0	0,0092	0,0002	0	0	
Benzène	0,0081	0,009	0	0,0909	0,0036	0,0039	0	
Cyclohexène	0,0058	0,0063	0	0,0286	0,0049	0,0052	0,0006	
Autres légers	0,0226	0,0537	0	0,5175	0,0005	0,0003	0	
Total Impuretés Légères	0,248	0,3363	0,0056	4,5652	0,010	0,010	0,0009	
Norbornène	93,2515	99,1425	31,0239	95,2365	99,4059	99,6207	93,7096	
4-Méthyl- et 3-Méthyl-cyclohexène	0,0258	0,0263	0,0239	0,0122	0,0271	0,025	0,074	
1-Méthylnorbornène	0,1775	0,17	0,2612	0,0407	0,1777	0,1502	0,7974	
5-Méthylnorbornène	0,0029	0,0018	0,0151	0	0,0019	0,0008	0,0255	
6-Méthylnorbornène	0,0033	0,0018	0,0197	0	0,0019	0,0006	0,0277	
2-Méthylnorbornène	0,2943	0,1561	1,7726	0,0088	0,1664	0,0484	2,5119	
Autres mi-lourds	0,1602	0,141	0,4263	0,0255	0,1461	0,1019	1,0849	
Total Impuretés Mi-Lourdes	0,664	0,497	2,5188	0,0872	0,5211	0,3269	4,5214	
Exo-dicyclopentadiène	0,273	0,0007	3,1324	0,007	0,0009	0	0,0151	
Endo-dicyclopentadiène	0,672	0,0023	7,5062	0,0976	0,037	0	1,2552	
5-Méthyl- et 6-Méthyl-tétrahydroindène	1,4154	0,0008	16,2856	0	0,0009	0	0,0217	
Diméthanooctahydronaphtalène (DMON)	2,3095	0,0009	26,2671	0,0043	0,0031	0	0,0825	
Autres lourds	1,1666	0,0195	13,2604	0,0022	0,0214	0,0423	0,3935	
Total Impuretés Lourdes	5,8365	0,0242	66,4517	0,1111	0,0633	0,0423	1,768	

*Flux sortant du réservoir R

Les réalisations de l'invention, au sujet desquelles un droit exclusif de propriété ou de privilège est revendiqué, sont définies comme suit:

1. Procédé de purification du norbornène obtenu par réaction du dicyclopentadiène ou du cyclopentadiène et de l'éthylène, conduisant à un mélange brut réactionnel contenant:

- des impuretés légères, dont les températures d'ébullition sont inférieures à celle du norbornène;
- des impuretés mi-lourdes, dont les températures sont comprises entre celle du norbornène et celle de l'éthyl norbornène; et
- des impuretés lourdes, dont les températures sont supérieures à celles de l'éthyl norbornène, celui-ci étant inclus dans lesdites impuretés lourdes,

caractérisé par le fait que l'on effectue une première distillation du mélange brut réactionnel dans une première colonne d'équeutage, éliminant une partie des impuretés lourdes et une partie des impuretés mi-lourdes, puis une seconde distillation du mélange brut ainsi équeuté dans une colonne d'étêtage, éliminant les impuretés légères, et ensuite une troisième distillation du mélange ainsi étêté dans une seconde colonne d'équeutage, éliminant le reste des impuretés lourdes et mi-lourdes.

2. Procédé selon la revendication 1, caractérisé par le fait que l'on poursuit, dans un réservoir interposé entre la colonne d'étêtage et la seconde colonne d'équeutage, la recombinaison du cyclopentadiène en dicyclopentadiène qui commence dans la première colonne d'équeutage et se poursuit dans la colonne d'étêtage.

3. Procédé selon la revendication 1 ou 2, caractérisé par le fait que l'on fait fonctionner la première colonne d'équeutage à la pression atmosphérique, à une température de pied de 100 à 160°C et une température de tête de 95 à 110°C.

4. Procédé selon l'une quelconque des revendications 1 à 3, caractérisé par le fait que l'on fait fonctionner la colonne d'étêtage à la pression atmosphérique, à une température de pied de 95 à 100°C et à une température de tête de 94 à 100°C.

5. Procédé selon l'une quelconque des revendications 1 à 4, caractérisé par le fait que l'on fait fonctionner la seconde colonne d'équeutage à la pression atmosphérique, à une température de pied de 95 à 100°C et à une température de tête de 95 à 100°C.

6. Procédé selon l'une quelconque des revendications 1 à 5, caractérisé par le fait que l'on recycle à l'entrée de la première colonne d'équeutage le flux de pied de la seconde colonne d'équeutage.

7. Procédé selon l'une quelconque des revendications 1 à 6, caractérisé par le fait qu'on alimente la première colonne d'équeutage par un premier flux de norbornène brut de composition:

- 0,1-1% en poids d'impuretés légères,
- 0,1-1% en poids d'impuretés mi-lourdes,
- 1-15% en poids d'impuretés lourdes,

le restant étant constitué par du norbornène, pour séparer:

- en tête, un second flux de composition:

- 0,1 à 2% en poids d'impuretés légères,
- 0,1 à 2% en poids d'impuretés mi-lourdes,
- 0 à 0,2% en poids d'impuretés lourdes,

le restant étant constitué par du norbornène, et

- en pied, un troisième flux de composition :
 - 0 à 1% en poids d'impuretés légères,
 - 1 à 5% en poids d'impuretés mi-lourdes,
 - 50 à 80% en poids d'impuretés lourdes,

le restant étant constitué par du norbornène;

puis on envoie le second flux dans la colonne d'étêtage pour séparer:

- en tête, un quatrième flux de composition:
 - 2 à 10% en poids d'impuretés légères,
 - 0 à 0,2% en poids d'impuretés mi-lourdes,
 - 0 à 0,5% en poids d'impuretés lourdes,

le restant étant constitué par du norbornène, et

- en pied, un cinquième flux de composition:
 - 0 à 0,1% en poids d'impuretés légères,
 - 0 à 0,5% en poids d'impuretés mi-lourdes,
 - 0 à 0,1% en poids d'impuretés lourdes,

le restant étant constitué par du norbornène;

et on envoie le cinquième flux dans la seconde colonne d'équeutage pour séparer:

- en tête, un sixième flux de composition:
 - 0 à 0,1% en poids d'impuretés légères,
 - 0 à 0,5% en poids d'impuretés mi-lourdes,
 - 0 à 0,1% en poids d'impuretés lourdes,

le restant étant constitué par du norbornène, et

- en pied, un septième flux de composition:
 - 0 à 0,1% en poids d'impuretés légères,
 - 1 à 10% en poids d'impuretés mi-lourdes,
 - 0 à 0,5% en poids d'impuretés lourdes,

le restant étant constitué par du norbornène,

les compositions étant indiquées pour un total de 100% en poids.

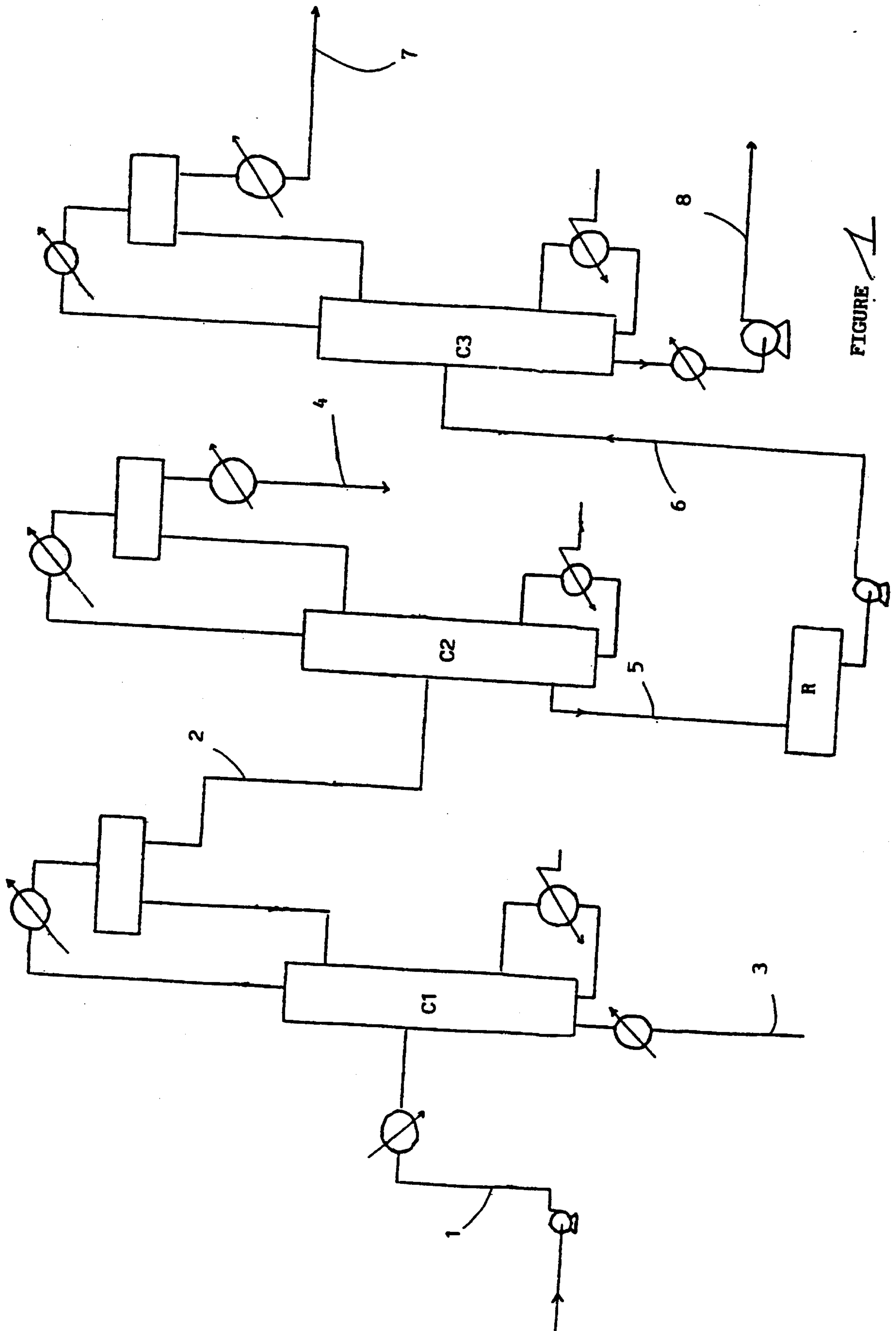


FIGURE 1

