



**Procédé pour la séparation d'alcools supérieurs à partir de mélanges alcools-hydrocarbures en particulier à partir de produits primaires de l'hydrogénation catalytique de l'oxyde de carbone.**

Société dite : RUHRCHEMIE AKTIENGESELLSCHAFT et Société dite : IURGI GESELLSCHAFT FÜR WÄRMETECHNIK M. B. H. résidant en Allemagne.

Demandé le 16 novembre 1951, à 13<sup>h</sup> 22<sup>m</sup>, à Paris.

Délivré le 28 octobre 1953. — Publié le 3 mars 1954.

(3 demandes de brevets déposées en Allemagne : les 1<sup>re</sup> et 2<sup>e</sup> les 20 et 29 novembre 1950, au nom de Société dite : RUHRCHEMIE A. G.; la 3<sup>e</sup> le 12 septembre 1951, au nom de Société dite : METALLGESELLSCHAFT A. G. — Déclaration des déposants.)

Dans la synthèse technique des composés carbonés ou dans le traitement des pétroles d'origine naturelle, on obtient dans de nombreux cas des mélanges dans lesquels il y a, à côté d'hydrocarbures, des alcools supérieurs comportant plus de trois atomes de carbone dans la molécule. Des produits primaires de l'hydrogénation catalytique de l'oxyde de carbone contiennent aussi, en quantité variable, des alcools insolubles dans l'eau de poids moléculaire élevé. Des mélanges alcools-hydrocarbures avec une teneur en alcool particulièrement élevée prennent aussi naissance par exemple à partir de produits d'hydrogénation de l'oxyde de carbone contenant des oléfines, obtenus, de la manière habituelle, avec des catalyseurs au fer, qui sont traités catalytiquement, sous pression élevée, avec du gaz à l'eau et finalement encore hydrogénés ou soumis à une hydrogénation hydratante.

Pour la séparation d'alcools à partir de mélanges hydrocarbures-alcools on connaît déjà des procédés par distillation et des procédés par extraction. On a proposé par exemple une extraction avec des mélanges alcool-eau qui dissolvent de préférence des composés oxygénés.

On a déjà soumis aussi des mélanges hydrocarbures-alcools à l'extraction, sous pression élevée, à l'aide d'eau. Un tel traitement par l'eau sous pression présente cependant l'inconvénient de nécessiter des quantités extraordinairement grandes d'agent d'extraction. Lorsqu'on soumet un mélange hydrocarbures-alcools à l'extraction avec la quantité égale d'eau, on ne peut isoler alors qu'environ 10 % des alcools présents. Dans le cas d'une extraction conduite avec un rapport de cinq volumes d'eau sous pression par volume de matières premières, la quantité d'alcool que l'on peut obtenir dans l'extraction ne s'élève qu'à 20 %. A l'aide de ces pro-

cédes d'extraction bien connus on ne peut cependant pas obtenir d'alcools purs.

On a trouvé que les alcools supérieurs présents dans des mélanges hydrocarbures-alcools, en particulier dans les produits primaires de l'hydrogénation de l'oxyde de carbone, qui, le cas échéant, ont été traités sous pression élevée avec du gaz à l'eau et finalement soumis à l'hydrogénation hydratante, peuvent être obtenus à l'état pur par extraction avec des solutions aqueuses d'un alcool inférieur, de préférence avec des alcools aqueux en C<sub>1</sub>-C<sub>3</sub> ou leurs mélanges en travaillant sous pression normale ou élevée, avantageusement à contre-courant en plusieurs étages lorsqu'on isole du mélange obtenu après extraction de la matière première, par séparation en couches, une solution aqueuse d'alcool, puis qu'on élimine partiellement ou totalement, par distillation l'alcool inférieur utilisé pour l'extraction du mélange hydrocarbure alcool, qu'on dilue encore, le cas échéant avec de l'eau, le résidu de distillation restant et, après une nouvelle séparation en une couche supérieure contenant les alcools insolubles à l'eau et une couche inférieure contenant les alcools solubles à l'eau, qu'on récupère de la couche inférieure le reste de l'alcool utilisé pour l'extraction et utilise celui-ci, après mise au titre désiré en alcool avec l'eau récupérée également ou avec de l'eau fraîche, pour des extractions ultérieures.

Dans une élimination partielle, par distillation, de l'alcool servant pour l'extraction peuvent passer à la distillation sous forme de mélange azeotrope alcool-hydrocarbure des hydrocarbures qui autrement resteraient dans l'alcool supérieur à séparer, ce qui fait apparaître cette manière de travailler particulièrement avantageuse. Pour l'extraction de la matière première, on utilise de préférence des

mélanges de solutions aqueuses d'alcools en C<sub>1</sub>-C<sub>3</sub> qui contiennent 15-30 %, en volume, de préférence 30 %, en volume, d'eau.

L'extraction peut être réalisée à la température normale ou à température élevée de la manière bien connue. A la température normale il est nécessaire d'opérer avec des teneurs supérieures en alcools dans la solution alcoolique aqueuse utilisée pour l'extraction. On travaille avantageusement à température normale avec des teneurs de 10-90 %, en volume, de préférence 70-90 %, en volume, en alcools comportant, dans leur molécule 1-3 atomes de carbone ou des mélanges de ceux-ci, dans les solutions alcooliques aqueuses.

Aux températures élevées, on travaille de préférence sous une pression empêchant la vaporisation du mélange réactionnel, de préférence sous une pression allant jusqu'à 50 kg/cm<sup>2</sup>. Dans ce cas, pour l'extraction de la matière première, des solutions aqueuses d'alcools inférieurs avec une teneur de 10-60 %, en volume, de préférence 10-40 % d'alcool suffisent.

Dans la séparation en couches du mélange d'extraction obtenu semblable à une émulsion, on obtient une couche inférieure alcoolique aqueuse et une couche supérieure se composant d'hydrocarbures. Les deux couches sont séparées l'une de l'autre par décantation. De la solution aqueuse alcoolique, on élimine, en partie, par distillation, l'alcool inférieur utilisé pour l'extraction, on élimine alors avantageusement 50-80 %, de préférence 60-65 % de l'alcool inférieur mis en œuvre.

Dans le résidu de distillation restant après l'élimination de l'alcool, par distillation, il se produit encore une séparation en couches ou bien on la provoque par addition de 0,5-2 volumes d'eau par volume de résidu. La couche supérieure contient ainsi les alcools insolubles à l'eau extraits, par dissolution, de la matière première.

Si l'on emploie l'éthanol comme agent d'extraction, il est avantageux de séparer par distillation, à peu près la quantité de méthanol, contenu dans le mélange à séparer, passée dans le solvant, avant de renvoyer celui-ci dans l'installation d'extraction.

La couche huileuse, qui forme le raffinat d'hydrocarbures, et qui contient encore de l'eau, peut être séchée de la manière bien connue, par exemple par distillation. Ici il est avantageux de renvoyer le distillat aqueux obtenu, dans lequel peuvent passer de petites quantités d'alcool, en un point convenable du procédé.

La séparation du solvant dissous dans le raffinat d'hydrocarbures peut être réalisée par lavage extractif avec l'eau nécessaire pour régler une teneur en eau désirée dans le solvant.

L'extraction peut, comme on l'a déjà indiqué, être réalisée à température normale ou par exemple

jusqu'à 50°, avantageusement en établissant un gradient de température. Il s'est révélé, en outre, avantageux de travailler avec des quantités de solvant supérieures à celles qui correspondent au rapport de un volume d'alcool pour un volume de mélange d'hydrocarbures-alcools, mais, en revanche, avec une concentration plus faible en alcool inférieur. Par là, la teneur en alcools insolubles à l'eau et en alcools solubles d'une manière limitée dans l'eau dans le solvant diminue et la sélectivité augmente. Ainsi, il est avantageux de travailler avec plus de une partie, en volume, de solution aqueuse d'alcools inférieurs, de préférence trois parties en volume et davantage, calculées par rapport au mélange alcools-hydrocarbures, le rapport de l'alcool inférieur à l'eau dans le solvant pouvant être abaissé. De cette manière on obtient un extrait qui contient plus de 95 % d'alcools.

Il est particulièrement avantageux de renvoyer une partie du raffinat ou du raffinat contenant du solvant en circuit dans l'installation d'extraction. Le transfert d'une partie de l'extrait sous forme aqueuse ou séchée en circuit dans l'installation d'extraction est avantageux.

Il peut être particulièrement avantageux dans certains cas, dans le travail sous pression, de conduire le traitement, réalisé à des températures d'environ 200-250°, avec des solutions aqueuses d'alcools inférieurs de telle sorte que la couche séparée se composant essentiellement des alcools aqueux employés pour l'extraction et des alcools extraits du mélange alcools-hydrocarbures soit décomposée, par détente de la pression et par l'évaporation, le refroidissement se produisant alors en deux couches, la couche inférieure obtenue ainsi étant renvoyée, pour le traitement d'autres mélanges hydrocarbures-alcools, dans le circuit du procédé. Dans ce mode de travail l'alcool aqueux utilisé pour l'extraction doit avoir une concentration en alcool inférieur plus élevée que la matière première à soumettre à l'extraction.

Avec la réalisation en discontinu du procédé suivant l'invention, on ne peut récupérer les alcools présents dans la matière de départ, en général que jusqu'à 70-75 %. On arrive à isoler presque quantitativement les alcools lorsque l'on réalise une extraction en plusieurs étages à contre-courant. Par une extraction en trois étages on peut récupérer déjà 98-99 % des alcools présents dans la matière de départ. L'extraction elle-même peut aussi avoir lieu en utilisant une centrifugeuse d'extraction à plusieurs étages.

Pour la conduite du procédé, on utilise, par exemple, trois récipients agités placés côte à côte. Chaque récipient agité peut être vidé dans un récipient de repos particulier (récipient de décantation). A la partie supérieure de ces récipients de décantation, on soutire chaque fois le produit extrait et

à sa partie inférieure, sous forme de phase aqueuse, l'agent d'extraction.

L'agent d'extraction est ajouté sous forme d'une solution aqueuse d'alcool, qui contient, par exemple, 70 %, en volume, d'éthanol, au troisième récipient agité. A la fin de la troisième phase d'extraction à réaliser ici on fait couler le mélange dans le récipient de décantation correspondant. A la base de celui-ci, on soutire la solution d'extraction et on l'envoie par pompage dans le deuxième récipient d'extraction précédent. Lorsque, dans le deuxième récipient d'extraction, la deuxième phase d'extraction est terminée, le mélange de réaction est décomposé, dans le deuxième récipient de séparation correspondant, en une couche supérieure et une couche inférieure. La solution d'extraction est soutirée en tant que couche inférieure et est pompée dans le premier récipient agité dans lequel coule la matière première à soumettre à l'extraction, par exemple un produit d'hydrogénation de l'oxyde de carbone riche en composés oxygénés, pour la réalisation du premier étage d'extraction.

Le mélange obtenu dans le premier étage d'extraction se sépare, dans le récipient de décantation relié à celui-ci, en deux couches. Comme couche inférieure, on soutire la solution d'extraction terminée. La matière soumise pour la première fois à l'extraction forme la couche supérieure et est transférée dans le deuxième récipient d'agitation. De là, elle parvient, après avoir traversé le deuxième récipient de décantation, dans le troisième récipient agité où elle est traitée avec l'agent d'extraction frais. Après séparation dans le troisième récipient de décantation, la matière première presque totalement extraite est soutirée comme résidu d'extraction tandis que la solution d'extraction est envoyée, de la manière décrite, à contre-courant au premier récipient agité.

*Exemple 1.* — On agit 10 litres d'un mélange d'hydrocarbures, obtenu comme produit primaire dans l'hydrogénation catalytique de l'oxyde de carbone, qui présente un intervalle d'ébullition allant de 130 à 360 °C et les indices suivants :

Densité,  $D_{20} = 0,772$ ;  
 Indice de neutralisation, 1;  
 Indice de saponification, 5;  
 Indice d'hydroxyle, 35;  
 Indice d'iode, 53,

avec 20 litres d'un mélange aqueux d'alcool qui contient 70 %, en volume, d'alcool éthylique et 30 % en volume d'eau, pendant 1 heure à la température ambiante. Lorsqu'on abandonne au repos le mélange, il se produit, après un temps court, une séparation en couches. La couche inférieure se compose de 21 litres d'une solution alcoolique aqueuse. Par décantation, on la sépare et sans installation de fractionnement on la distille, dans une marmite à distiller, jusqu'à ce qu'on obtienne une température

de tête de 85 °C. Jusqu'à cette température, il passe 12.000 cm<sup>3</sup> d'un distillat qui contient 85 % d'éthanol, 2 % d'hydrocarbures et 13 % d'eau. Après dilution à une teneur en alcool de 70 %, on l'utilise de nouveau pour l'extraction d'alcools supérieurs dans les produits primaires de l'hydrogénation catalytique de l'oxyde de carbone. Les hydrocarbures contenus ne sont pas perdus, mais rentrent dans le circuit du procédé.

Le résidu de distillation, qui n'est pas passé, est dilué avec un volume égal d'eau. Sans formation d'émulsion, il se produit alors une séparation en couches de telle sorte que l'on a pu séparer 830 cm<sup>3</sup> d'alcools insolubles à l'eau. Le rendement en alcools insolubles à l'eau s'élève ainsi à 8,3 %, en volume, des hydrocarbures mis en œuvre.

Le mélange séparé d'alcools insolubles à l'eau est lavé plusieurs fois à l'eau, il possède alors les indices suivants :

Densité,  $D_{20} = 0,837$ ;  
 Poids moléculaire, 151;  
 Indice de neutralisation, 3;  
 Indice de saponification, 18;  
 Indice d'hydroxyle, 370;  
 Indice d'iode, 8.

De ces indices et d'une fusion alcaline, on déduit que les alcools séparés insolubles à l'eau présentent un nombre d'atomes de carbone moyen de 9. Le produit se compose d'environ 95 % d'alcool et 2,4 % d'insaponifiables.

*Exemple 2.* — A partir de gaz contenant de l'oxyde de carbone et de l'hydrogène, on prépare, à l'aide de catalyseurs au fer, de la manière habituelle, des produits d'hydrogénation de l'oxyde de carbone oléfiniques et contenant des alcools. Ces produits de synthèse sont traités, sous pression élevée, de la manière bien connue, catalytiquement, avec du gaz à l'eau, à la suite de quoi on réalise une hydrogénation avec de l'hydrogène en présence d'eau. On obtient alors un mélange hydrocarbures-alcools pratiquement exempt d'oléfines avec les indices suivants :

Indice d'iode, 1;  
 Indice de neutralisation, 2;  
 Indice d'ester, 2;  
 Indice d'hydroxyle, 314;  
 Indice de carboneyle, 5;  
 Densité,  $D_{20} = 0,809$ ;  
 Indice de réfraction  $n_{20}^{20}$ , 1,482.

De cette matière première qui contient 87,1 %, en poids, d'alcools comportant 5 à 20 atomes de carbone et à côté des hydrocarbures comportant 6 à 25 atomes de carbone, on traite 1,240 litre (1 kg) avec 5,230 litres (5 kg) d'un mélange aqueux éthanol-eau, qui contient 85 % en volume d'éthanol. Pendant l'extraction qui a lieu à environ 250° et sous 50 kg/cm<sup>2</sup>, on agit de façon intensive pendant 30 minutes. Après quoi on abandonne

au repos, pendant 30 minutes, le mélange réactionnel. Comme couche supérieure, il se sépare 0,248 litre d'un liquide qui se compose principalement d'hydrocarbures. Comme couche inférieure, on obtient 6,47 litres (6 kg) d'une solution aqueuse d'alcools dont le nombre d'atomes de carbone va jusqu'à 20.

La couche inférieure aqueuse est séparée et, par détente, est refroidie, à 25°. Il se sépare alors comme couche supérieure 990 cm<sup>3</sup> de liquide qui se compose d'alcools supérieurs insolubles à l'eau. La couche inférieure aqueuse comprend 5,232 litres d'une solution éthanol-eau contenant environ 35 %, en volume, d'éthanol. Elle rentre, dans le circuit du procédé, comme agent d'extraction pour le traitement de nouvelles quantités de mélange alcools-hydrocarbures.

Le mélange, séparé sous forme de couche supérieure d'alcools supérieurs est décomposé de la manière bien connue, en différents alcools, ceux-ci étant obtenus avec une pureté satisfaisante.

D'après les unités d'indice d'hydroxyle qui s'élèvent, par kg de mélange hydrocarbures-alcools mis en œuvre, à 314.000 et les unités d'indice d'hydroxyle encore présents dans le résidu d'extraction, qui s'élèvent à 43.500, on constate que l'effet d'extraction a été de 86 % de la quantité d'alcool présente dans la matière première.

*Exemple 3.* — Dans une installation d'extraction en trois étages suivant la disposition décrite, dont les récipients agités ont un volume de 500 cm<sup>3</sup> et dont les récipients de décantation ont un volume de 5 000 cm<sup>3</sup>, on fait passer, par heure, 500 cm<sup>3</sup> d'un mélange hydrocarbures-alcools. Ce mélange a été obtenu, à partir des produits d'hydrogénation de l'oxyde de carbone avec des catalyseurs au fer, par fixation, sous pression élevée, de gaz à l'eau et hydrogénation subséquente. Il contient 85 % d'alcools à côté de 15 % d'hydrocarbures paraffiniques et possède les indices suivants :

Indice de neutralisation, 0;

Indice d'ester, 0;

Indice d'hydroxyle, 309;

Densité,  $D_{20} = 0,808$ .

Comme agent d'extraction, on fait passer, à contre-courant, par heure, 2 000 cm<sup>3</sup> d'un mélange alcool-eau qui contient 70 %, en volume, d'éthanol. Comme température d'extraction, on maintient, dans les trois récipients, environ 30°.

Au troisième étage d'extraction, il reste, par heure, 34 cm<sup>3</sup> d'un mélange d'hydrocarbures qui sont soutirés comme couche supérieure du troisième récipient de décantation. Ils représentent 7,7 % de la matière mise en œuvre. La solution d'extraction s'écoulant du premier étage d'extraction est distillée avec une température de tête de 85°. Comme couche supérieure, on peut séparer alors, par heure, dans le distillat 41 cm<sup>3</sup> d'hydrocarbures, c'est-à-dire

0,2 % de la matière mise en œuvre. Le produit résiduel se sépare en deux couches; comme couche supérieure, on peut séparer alors, par heure, 425 cm<sup>3</sup> d'alcools insolubles à l'eau, c'est-à-dire 84,1 % de la matière mise en œuvre ou 98,9 % des alcools présents dans la matière traitée. Ces alcools peuvent être séparés facilement, de la manière bien connue, en différents alcools de grande pureté.

La couche inférieure du produit restant contient, à côté de 70 % d'eau, encore 30 % d'éthanol et redonne, avec la couche aqueuse du distillat, un éthanol à 70 % qui est renvoyé dans le circuit d'extraction.

*Exemple 4.* — On introduit dans un extracteur à contre-courant à sept étages, par heure, 1 000 litres d'un mélange hydrocarbures-alcools bouillant jusqu'à environ 320 °C provenant d'une oxo-oxyl-synthèse combinée. Le mélange a été traité, avant la séparation, avec des alcalis pour saponifier les esters contenus, puis hydrogéné. Il possède les indices suivants :

Indice de neutralisation, 0;

Indice d'ester, 0;

Indice d'hydroxyle, 320;

Densité,  $D_{20} = 0,812$ .

L'extraction est conduite avec 4 000 litres d'une solution de 85 parties, en volume, de méthanol, et 15 parties, en volume, d'eau.

La température est maintenue, à l'entrée du solvant, pour augmenter le rendement en alcool et pour éviter la séparation de paraffine, à environ 40-50 °C. A l'entrée du mélange à séparer, on règle une température d'environ 20 °C pour augmenter la solubilité.

Comme solution d'extraction, on recueille, par heure, 4 872 litres desquels on retire par distillation 3 392 litres de méthanol. Du méthanol condensé, séparé par distillation, il se sépare une couche supérieure de 30 litres qui se compose de 25 litres d'hydrocarbures et 5 litres de méthanol. De la marmite de l'installation de distillation, on soutire 1 450 litres qui, après refroidissement, se séparent en une couche huileuse supérieure de 790 litres, se composant de 760 litres d'alcool et 30 litres d'eau, et une couche inférieure de 660 litres contenant 90 litres d'alcool. De cette eau, on retire les alcools par distillation. Ils se composent de propanols, butanols et pentanols à côté d'éthanol.

Les alcools aqueux, la couche supérieure et les alcools récupérés par distillation à partir de la couche aqueuse sont séchés par distillation. L'eau s'écoulant alors ne contient que de faibles quantités d'alcool dissous. On obtient 850 litres d'alcools avec un indice d'hydroxyle de 382. Ils ne contiennent environ que 3 % d'huile neutre. Comme raffinat d'hydrocarbures, il reste, par heure, 128 litres qui contiennent encore un peu de solvant.

Ils sont réunis à la couche supérieure que l'on obtient lors de l'élimination du méthanol de la solution d'extraction, et séparés de l'alcool par distillation. On obtient, par heure, comme distillat, 8 litres de méthanol, qui rentrent dans le circuit. Comme résidu, on a mesuré 150 litres d'hydrocarbures avec un indice d'hydroxyle de 20. Les rendements en alcool s'élèvent à plus de 95 %.

Le méthanol récupéré dans le procédé et l'eau débarrassés des alcools sont employés de nouveau dans le circuit. Il ne se produit pas de modification dans le résultat de l'action.

#### RÉSUMÉ

La présente invention a pour objet un procédé pour la séparation d'alcools supérieurs, à partir des mélanges alcools-hydrocarbures, en particulier des produits d'hydrogénation de l'oxyde de carbone qui sont traités, éventuellement, sous pression élevée, catalytiquement, avec du gaz à l'eau et finalement hydrogénés, par extraction avec des solutions aqueuses d'un alcool inférieur de préférence des alcools aqueux en  $C_1-C_3$  ou leurs mélanges, sous la pression normale ou sous pression élevée, avantageusement à contre-courant en plusieurs étages, procédé présentant les points suivants pris isolément ou en combinaison :

1° On isole, à partir du mélange obtenu après l'extraction de la matière première, par séparation en couches, une solution d'alcool, on élimine de celle-ci l'alcool inférieur utilisé pour l'extraction du mélange alcools-hydrocarbures, on dilue encore le résidu de distillation éventuellement avec de l'eau et on récupère, après une nouvelle séparation en une couche supérieure contenant des alcools insolubles à l'eau et une couche inférieure contenant les alcools solubles à l'eau, à partir de la couche inférieure le reste de l'alcool utilisé pour l'extraction et on utilise celui-ci après mise au titre désiré en alcool avec de l'eau récupérée également ou avec de l'eau fraîche;

2° Pour l'extraction du mélange alcools-hydrocarbures, on utilise des solutions aqueuses d'alcools en  $C_1-C_3$  qui contiennent 15-80 %, en volume, de préférence 30 %, en volume, d'eau;

3° La solution aqueuse d'alcool utilisée pour l'extraction à température normale, contient 10-90 %, en volume, de préférence 70-90 % d'alcools en  $C_1-C_3$  ou leurs mélanges;

4° La solution aqueuse d'alcools inférieurs utilisée pour l'extraction à température plus élevée, de la matière première, contient 10-60 %, en volume, de préférence 10-40 %, en volume, d'alcool et l'extraction de la matière de départ a lieu sous une pression empêchant l'évaporation du mélange réactionnel de préférence sous une pression allant jusqu'à 50 kg/cm<sup>2</sup>;

5° De la couche alcoolique aqueuse obtenue par extraction de la matière de départ on distille 50-80 % de l'alcool inférieur utilisé pour l'extraction;

6° Le résidu de distillation, restant après distillation partielle de l'alcool utilisé pour l'extraction, est dilué, dans le cas d'une séparation insuffisante des alcools supérieurs à récupérer, avec 0,5-2 parties, en volume, d'eau, de préférence 1 partie en volume, par volume de résidu;

7° Dans le cas de l'emploi d'éthanol comme agent d'extraction et lors de la présence de méthanol dans le mélange à décomposer, le méthanol est avantageusement séparé par distillation de l'éthanol avant le renvoi de celui-ci dans l'installation d'extraction;

8° Le solvant dissous dans le raffinat d'hydrocarbures est séparé par distillation ou par lavage et est réintroduit, dans le circuit du solvant, en un point convenable;

9° La séparation du solvant dissous dans le raffinat est réalisée par lavage avec l'eau nécessitée pour la mise au titre d'eau désiré dans le solvant;

10° L'extraction est conduite à température normale ou par exemple jusqu'à des températures élevées par exemple jusqu'à 50 °C avantageusement en réglant le gradient de température;

11° On travaille avec plus d'une partie, en volume, de solution aqueuse d'alcools inférieurs, de préférence trois parties, en volume, et davantage, calculées par rapport au mélange alcools-hydrocarbures et en réglant un rapport alcool inférieur-eau plus faible dans le solvant de telle sorte que le rendement et la teneur en alcools dans l'extrait dépassent 90 %, avantageusement plus de 95 %;

12° Une partie du raffinat ou du raffinat contenant du solvant est renvoyée en circuit dans l'installation d'extraction;

13° Une partie de l'extrait est renvoyée sous forme aqueuse ou séchée en circuit dans l'installation d'extraction;

14° La couche séparée, composée essentiellement des alcools aqueux employés pour l'extraction et des alcools pris au mélange alcools-hydrocarbures est décomposée, par détente de la pression et par l'évaporation et le refroidissement se produisant alors, puis la couche inférieure obtenue alors est renvoyée pour le traitement d'autres mélanges alcools-hydrocarbures dans le circuit du procédé.

Société dite :

RUHRCHEMIE AKTIENGESELLSCHAFT

et Société dite :

LURGI GESSELLSCHAFT FÜR WÄRMETECHNIK M. B. H.

Par procuration :

G. BRAU DE LOMÉWIK, André ARMENGAUD & G. HOUSSARD.