



DEMANDE INTERNATIONALE PUBLIÉE EN VERTU DU TRAITE DE COOPERATION EN MATIÈRE DE BREVETS (PCT)

(51) Classification internationale des brevets ⁶ : C07C 55/14, 51/42, 51/31	A1	(11) Numéro de publication internationale: WO 96/03365 (43) Date de publication internationale: 8 février 1996 (08.02.96)
(21) Numéro de la demande internationale: PCT/FR95/00944 (22) Date de dépôt international: 13 juillet 1995 (13.07.95) (30) Données relatives à la priorité: 94/09253 21 juillet 1994 (21.07.94) FR (71) Déposant (pour tous les Etats désignés sauf US): RHONE-POULENC FIBER & RESIN INTERMEDIATES [FR/FR]; 25, quai Paul-Doumer, F-92408 Courbevoie (FR). (72) Inventeurs; et (75) Inventeurs/Déposants (US seulement): COSTANTINI, Michel [FR/FR]; 10, rue du Docteur-Bonhomme, F-69003 Lyon (FR). FACHE, Eric [FR/FR]; 118 A, rue Alexis-Perroncel, F-69100 Villeurbanne (FR). NIVERT, Daniel [FR/FR]; 7, les Hauts-de-Seyssuel, F-38200 Seyssuel (FR). (74) Mandataire: VIGNALLY, Noël; Rhône-Poulenc Chimie, Direction de la Propriété Industrielle, C.R.I.T. - Carrières, Boîte postale 62, F-69192 Saint-Fons Cédex (FR).		(81) Etats désignés: BR, BY, CA, CN, CZ, JP, KR, PL, RU, SG, SK, UA, US, VN, brevet européen (AT, BE, CH, DE, DK, ES, FR, GB, GR, IE, IT, LU, MC, NL, PT, SE). Publiée <i>Avec rapport de recherche internationale.</i> SG 9700817-1.
(54) Title: METHOD OF RECYCLING A CATALYST IN A REACTION INVOLVING THE DIRECT OXIDATION OF CYCLOHEXANE INTO ADIPIC ACID		
(54) Titre: PROCEDE DE RECYCLAGE DU CATALYSEUR DANS L'OXYDATION DIRECTE DU CYCLOHEXANE EN L'ACIDE ADIPIQUE		
(57) Abstract Method of recycling a cobalt-containing catalyst in a reaction involving the direct oxidation of cyclohexane into adipic acid using an oxygen-containing gas. The method is characterized in that the reaction mixture, obtained in a preceding stage where the cyclohexane was oxidized into adipic acid, of which at least part of the intermediate oxidation products, such as cyclohexanol and cyclohexanone, the carboxylic acid solvent and water has been separated and of which at least part of the adipic acid formed has been recovered by crystallization, undergoes at least one extraction operation using at least one cosolvent or a mixture comprising a cosolvent and a carboxylic acid. The method is also characterized by the separation of a mixture containing at least part of the cobalt catalyst, part of the carboxylic acid and optionally residual quantities of other compounds and a solution containing the cosolvent and at least part of the glutaric and succinic acids formed during the oxidation reaction, and the carboxylic acid. The mixture containing at least part of the cobalt catalyst is involved in a novel operation for oxidizing cyclohexane into adipic acid, optionally after the addition of an additional quantity of the cobalt catalyst.		
(57) Abrégé La présente invention consiste en un procédé de recyclage d'un catalyseur contenant du cobalt, dans une réaction d'oxydation directe du cyclohexane en acide adipique, par un gaz contenant de l'oxygène, ledit procédé de recyclage étant caractérisé: en ce que le mélange réactionnel, provenant d'une opération antérieure d'oxydation du cyclohexane en acide adipique, dont au moins une partie des produits intermédiaires d'oxydation, tels que notamment le cyclohexanol et la cyclohexanone, du solvant acide carboxylique et de l'eau a été séparée et dont au moins une partie de l'acide adipique formé a été récupérée par cristallisation, est soumis à au moins une extraction à l'aide d'au moins un cosolvant ou d'un mélange comprenant un cosolvant et un acide carboxylique, en ce que l'on sépare d'une part un mélange contenant au moins une partie du catalyseur au cobalt, une partie de l'acide carboxylique et éventuellement des quantités résiduelles d'autres composés et d'autre part une solution contenant le cosolvant et au moins une partie des acides glutarique et succinique formés dans la réaction d'oxydation, ainsi que de l'acide carboxylique, et en ce que le mélange contenant au moins une partie du catalyseur au cobalt est utilisé dans une nouvelle opération d'oxydation du cyclohexane en acide adipique, éventuellement après l'ajout d'un appoint en catalyseur au cobalt.		