













deuxième phase liquide jusqu'à la saturation du tiers solvant en FDC,

(F) l'on réalise la cristallisation du FDC en ajoutant un solvant de cristallisation à la phase concentrée et en refroidissant la solution à une température comprise entre 5° C et 20° C.

L'utilisation d'un solvant de cristallisation permet d'obtenir du FDC de très grande pureté (supérieure à 99,5 %) et de très bonne qualité (pas de coloration ou d'odeur parasite). Par économie, la cristallisation peut le cas échéant être effectuée par simple refroidissement à partir de la solution concentrée. Les solvants de cristallisation qui seront de préférence utilisés seront les solvants du groupe suivant : trifluoro-1,1,2 trichloro 1,2,2 éthane, éther de pétrole, cyclohexane, en proportion volumique comprise entre 2 et 5 l de solvant par l de solution concentrée.

Le procédé de l'invention se prête à un recyclage des solvants. Après séparation des deux phases liquides (D), le solvant aprotique fortement polaire peut être récupéré dans la phase aqueuse par distillation sous pression réduite en vue de sa réutilisation pour une nouvelle synthèse.

Le tiers solvant, quant à lui, est récupéré à deux stades : d'une part, directement après évaporation (E), d'autre part, après la cristallisation (F), en opérant une distillation de la phase liquide ; les fractions récupérées sont recyclées pour une nouvelle mise en oeuvre du procédé.

La description qui suit en référence à la figure unique du dessin annexé présente schématiquement une installation permettant de mettre en oeuvre le procédé de l'invention et illustre des exemples de mise en oeuvre.

L'installation représentée à titre d'exemple à la figure unique comprend un réacteur de synthèse 1 (capacité : 5 litres) qui est alimenté en matières premières sucrées à partir d'un réservoir 2 et en DMSO à partir d'un réservoir 3. Le réacteur 1 est équipé d'un système d'extraction d'eau 4.

Le réacteur est régulé en température et équipé d'un agitateur mécanique.

40

Le milieu de synthèse est collecté en sortie





























