

①2

DEMANDE DE CERTIFICAT D'UTILITE

A3

②2 Date de dépôt : 24.11.97.

③0 Priorité : 30.01.97 IT 97000004.

④3 Date de mise à la disposition du public de la
demande : 31.07.98 Bulletin 98/31.

⑤6 Les certificats d'utilité ne sont pas soumis à la
procédure de rapport de recherche.

⑥0 Références à d'autres documents nationaux
apparentés :

⑦1 Demandeur(s) : TECNO PROJECT INDUSTRIALE
SRL SOCIEDAD DE RESPONSABILIDAD LIMITADA —
IT.

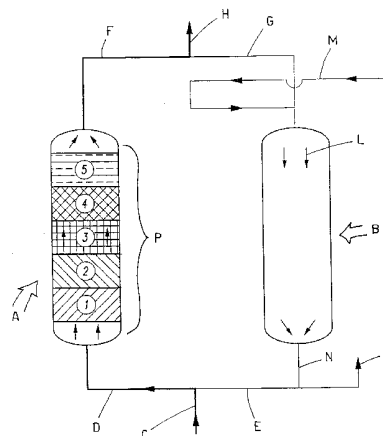
⑦2 Inventeur(s) : MORETTI UGO.

⑦3 Titulaire(s) :

⑦4 Mandataire(s) : CABINET LAURENT ET CHARRAS.

⑤4 PROCEDE DE PURIFICATION DU GAZ CARBONIQUE GENERE PAR DES PROCEDES INDUSTRIELS
ADAPTES, NOTAMMENT PAR FERMENTATION, ET STRUCTURES PURIFICATRICES EMPLOYEES A CET
EFFET.

⑤7 Ce procédé de purification du gaz carbonique généré
par des procédés industriels adaptés, notamment par fer-
mentation, a la particularité de prévoir une série de couches
ou de lits d'adsorbants divers, chacun ou chacune desti-
né(e) à une fonction de purification spécifique, chacun ou
chacune étant disposé(e) dans la série de sorte à éliminer
séquentiellement les différentes impuretés de manière opti-
male, et chacun ou chacune étant régénérable avec le
même système que la couche précédente du même gaz de
régénération, ledit procédé étant réalisé par l'intégration des
deux systèmes dans un seul et même appareil constitué de
deux réservoirs contenant des lits adsorbants-purificateurs,
d'un système de vannes usuelles pour permettre un fonc-
tionnement en continu et d'un système de régénération. §



PROCEDE DE PURIFICATION DU GAZ CARBONIQUE GENERE PAR
DES PROCEDES INDUSTRIELS ADAPTES, NOTAMMENT PAR
FERMENTATION, ET STRUCTURES PURIFICATRICES EMPLOYEES
A CET EFFET.

5

DESCRIPTION

La présente invention concerne un procédé de purification du gaz carbonique généré par des processus industriels adaptés, notamment par fermentation, et des structures purificatrices employées à cet effet. Comme on le sait, le gaz carbonique utilisé dans le secteur de l'alimentaire (pour gazéifier les eaux minérales, par exemple) doit être particulièrement pur, au sens où il doit être plus spécifiquement exempt de substances qui lui confèreraient des odeurs ou des saveurs qui ne lui sont pas propres. Pour y parvenir, on a recours à des technologies extrêmement sophistiquées, qui doivent concilier les propriétés intrinsèques des différents produits purifiants et/ou filtrants destinés à obtenir certains résultats partiels tendant vers un résultat final optimal ; et ce, de manière, évidemment, à économiser au maximum le procédé et/ou les moyens qui rendent possible le procédé. Pour mieux comprendre les caractéristiques intrinsèques de l'invention, il est nécessaire d'examiner les problèmes qu'elle se propose de résoudre de manière suffisamment détaillée. Le processus de récupération traditionnel du gaz carbonique comprend essentiellement les étapes suivantes :

- A) lavage du gaz brut issu de processus industriels adaptés ;
- B) compression ;
- C) purification, désodorisation par adsorption ;

- 2 -

- D) séchage par adsorption ;
- E) liquéfaction ;
- F) stockage.

Dans certains cas, les étapes C et D sont
5 inversées.

En général, le lavage A est effectué avec de l'eau uniquement ou avec de l'eau contenant des solutions oxydantes (par exemple, du permanganate de potassium), la compression est en général effectuée
10 par des compresseurs non lubrifiés, jusqu'à une pression comprise dans une plage de 15 à 18 bar, pression à laquelle se produit la liquéfaction et le stockage du gaz carbonique liquéfié. La liquéfaction
15 intervenant dans une plage de températures comprises entre - 30 et - 20° C, il est essentiel que le gaz carbonique soit parfaitement sec. Le séchage poussé à des valeurs de "point de rosée" très basses peut être obtenu uniquement avec le processus d'adsorption sur
20 alumine, ou sur la famille chimique des tamis moléculaires : on désigne, par ce nom, des tecto-silicates mélangés à des oxydes de sodium, de potassium, de magnésium, d'aluminium, de silicium, afin d'exploiter essentiellement la porosité
25 moléculaire typique des zéolithes. La purification-désodorisation n'est obtenue de manière totale que par l'adsorption sur du charbon actif, après les étapes précédentes de lavage qui éliminent les impuretés les plus grossières. Les impuretés
30 résiduelles non odorantes (air, par exemple) sont au contraire éliminées dans la phase de liquéfaction, où, restant en phase gazeuse à la température à laquelle le gaz carbonique se liquéfie, elles sont éliminées par des dispositifs spéciaux de ventilation
35 présents dans l'appareillage de liquéfaction. On peut

- 3 -

donc souligner que, dans les installations de récupération du gaz carbonique, deux parties fonctionnent par adsorption : l'une pour le séchage et l'autre pour la purification-désodorisation. Il est par conséquent opportun de comprendre comment les différents adsorbants cités réalisent la séparation des composants d'un certain mélange gazeux pour les transférer sélectivement sur les surfaces du solide adsorbant. Les caractéristiques importantes d'un adsorbant sont sa capacité, sa sélectivité, sa régénérabilité, sa cinétique, sa compatibilité et son coût. Un seul type d'adsorbant peut difficilement présenter toutes ces caractéristiques à des niveaux optima, ce que l'on comprendra mieux en les définissant de manière plus large. La capacité, ou "charge", est la quantité d'adsorbat ou composé générique retenue (impureté) par chaque unité de masse ou de volume de l'adsorbant. L'adsorbant doit avoir la propriété de libérer les impuretés adsorbées lorsqu'il est en phase de régénération, de manière à pouvoir être réutilisable cycliquement sans que cela ne diminue trop sa capacité d'adsorption initiale. De plus, l'adsorbant doit pouvoir être régénéré dans des conditions simples, telles que température élevée et basse pression. Le processus d'adsorption peut réaliser des séparations qui sont impossibles ou coûteuses avec d'autres techniques, comme la distillation, le lavage sélectif de gaz, la filtration par membrane. Cela a permis au processus de l'adsorption solide de prendre de l'importance, même à la suite du développement de la technologie associée aux nouveaux adsorbants. L'adsorption est généralement effectuée sur un lit fixe d'adsorbant. La disposition typique comprend deux lits adsorbants en parallèle, de sorte que l'un d'eux puisse être

5 régénéré pendant que l'autre fonctionne. La
régénération par chauffage peut être effectuée à
l'air, avec une partie du gaz déjà purifié, à la
vapeur, etc. Tous les systèmes de purification font
une distinction entre la fonction principale de
séchage et la fonction principale de désodorisation
qui sont confiées, respectivement, à :

10 I) un système à alumine, à tamis moléculaire,
ou à gel de silice ; à savoir, tous produits
adsorbants adaptés au séchage et définis, par
conséquent, comme hydrophiles ;

15 II) un système à charbon actif ; ce charbon
existe en différentes qualités, mais possède
généralement des propriétés adsorbantes permettant
d'éliminer les odeurs.

20 A la différence des tamis moléculaires,
l'éventail des dimensions des pores du charbon est
très large, c'est pourquoi les composés retenus
peuvent être nombreux, empêchant toute purification
sélective complète. Le charbon est en général
hydrophobe ; en effet, l'eau, même si elle est
arrêtée partiellement en surface, forme une pellicule
qui empêche (contrairement à ce qui se produit sur
25 l'alumine ou sur le tamis moléculaire) les composés
qui entrent dans la structure poreuse de l'adsorbant
de se fixer, interdisant de cette manière l'épuration
désirée. La régénération (par chauffage et flux de
gaz ou de vapeur généralement à contre-courant)
30 permettra ensuite de faire évaporer et de souffler
les impuretés qui se sont fixées physiquement lors de
la période précédente d'adsorption-purification. Si
la purification au charbon actif est effectuée avant
le séchage, elle présentera, principalement, les
35 avantages et les inconvénients suivants. Un premier

avantage est dû au fait que l'eau condensée à la surface du charbon dissout une partie des impuretés (en particulier, les composés sulfurés solubles, comme l'acide sulfhydrique) ; un autre avantage est celui d'arrêter une partie de l'eau, facilitant, de cette manière, le bon fonctionnement du système de séchage proprement dit. Par contre, on a l'inconvénient de devoir fournir une partie importante de l'énergie thermique de régénération pour éliminer l'eau retenue. Un autre inconvénient est, de plus, de ne pas pouvoir prévoir avec précision la capacité de purification du charbon pour un composant spécifique, dans la mesure où la présence d'eau accumulée à la surface, en modifiant les caractéristiques chimiques et physiques du milieu, fait varier la capacité de pénétration des impuretés à l'intérieur des pores de ce charbon actif. Alors que l'adsorbant-sécheur doit retirer un seul type d'impureté, à savoir l'eau, l'adsorbant-désodorisateur doit éliminer de nombreux types d'impuretés, lesquelles, même présentes en petites quantités, doivent malgré tout être éliminées pratiquement en totalité. Pour ce qui est de la nécessité d'éliminer l'alcool éthylique (impureté fréquemment présente dans le gaz carbonique à purifier), il est possible d'opérer par simple lavage pour en retirer la plus grosse partie ; les quantités fines restantes peuvent être éliminées par du charbon actif, mais au détriment cependant de la capacité de ceux-ci à retenir ensuite d'autres impuretés. En ce qui concerne l'élimination des composés sulfurés (par exemple, l'acide sulfhydrique), elle est favorisée par la présence, sur certains charbons actifs, d'une certaine quantité d'oxygène et d'une humidité partielle. Pour l'élimination des esters, des

aldéhydes, et de divers composés organiques, on utilise les mêmes adsorbants que ceux utilisés pour réaliser le séchage. Toutefois, il ressort de ce qui précède qu'il est nécessaire de pouvoir utiliser dans
5 les processus de purification du gaz carbonique, les adsorbants considérés comme les meilleurs pour chaque impureté spécifique, ou qui peuvent exploiter au maximum leur capacité sans que leur action ne soit entravée par la présence des autres impuretés
10 traitées par d'autres adsorbants. La présente invention a pour objet de définir un procédé de purification du gaz carbonique généré par des processus industriels adaptés, notamment par fermentation, qui permette de répondre à la nécessité
15 indiquée. Un autre objet de l'invention est de définir des structures purificatrices adaptées à la mise en oeuvre du procédé susvisé. Un autre objet de l'invention consiste à permettre une consommation d'énergie égale ou inférieure à celle des systèmes
20 traditionnels. Un autre objet également de l'invention est de réduire les manipulations et l'entretien à un niveau égal ou inférieur à celui des systèmes traditionnels. Un autre objet de l'invention est d'avoir un coût d'installation et un prix achat
25 compétitif comparé à celui des systèmes traditionnels, sans oublier de pouvoir offrir une capacité de séchage et de purification supérieure à celle offerte par les systèmes traditionnels. Ces objets et d'autres objets apparaîtront mieux à la
30 lecture de la description détaillée qui suit, illustrant un procédé de purification du gaz carbonique généré par des processus industriels adaptés, notamment par fermentation, ayant la particularité de prévoir une série de couches ou de
35 lits d'adsorbants divers, chacun(e) destiné(e) à une

fonction de purification spécifique, chacun(e) disposé(e) dans la série de sorte à éliminer séquentiellement les différentes impuretés de manière optimale, et chacun régénérable avec le même système

5 que la couche précédente du même gaz de régénération, ledit procédé étant réalisé par l'intégration des deux systèmes dans un seul et même appareil constitué de deux réservoirs contenant des lits adsorbateurs-purificateurs, d'un système de vannes usuelles pour

10 permettre un fonctionnement en continu et d'un système de régénération. Les deux lits adsorbateurs-purificateurs peuvent être associés à un éventuel lit de garde, disposé en série et réalisable au moyen de charbon actif chargé d'oxydes métalliques adsorbateurs

15 du type déjà cité. L'invention est illustrée, à titre purement indicatif, mais non limitatif, dans le dessin ci-joint, dans lequel apparaît un système unique, comprenant les deux types fondamentaux d'adsorbateurs, dans lesquels sont disposées

20 différentes couches d'adsorbants, agencées opportunément aussi bien du point de vue de la purification que de la régénération. En référence à la planche de dessin susvisée, dans un conduit C coule le gaz carbonique dans le sens indiqué par la

25 flèche. Par des vannes usuelles, le flux est dévié à gauche, tel qu'indiqué par la ligne pleine. Le conduit C se ramifie en deux conduits symétriques D et E qui peuvent confluer dans deux réservoirs A et B, à l'intérieur desquels sont opportunément disposés

30 des lits d'adsorbateurs adaptés. A la sortie des réservoirs se trouvent d'autres conduits F et G qui peuvent confluer, au moyen de vannes usuelles, non représentées, dans un conduit commun H, à travers lequel passe le gaz carbonique purifié pour pouvoir

35 parvenir aux appareils de liquéfaction usuels. Sur

cette figure, ledit gaz carbonique est celui qui est purifié par le réservoir A. Cette purification est réalisée par quatre couches fondamentales 1, 2, 3, 4, et d'une couche finale 5, en série, constituant une charge de garde ou de sécurité. La couche 1 est composée de charbon actif à large spectre de pores (principalement, des micropores), à basse sélectivité et faible coût. Cette couche a une fonction "d'épurateur", ou de laveur avec l'humidité du gaz carbonique lui-même, pour les composés sulfurés solubles. Avec cette couche, par conséquent, on n'exploite pas les propriétés absorbantes intrinsèques, puisqu'elles sont progressivement réduites par le délavage exercé par l'eau (humidité) contenue dans le gaz carbonique en traitement. On exige surtout de cette couche de bonnes propriétés mécaniques. A la suite de ce lavage, on élimine les composés sulfurés, comme l'acide sulfhydrique, ce qui permet d'éviter les phénomènes de conversion nocifs, générés typiquement par la présence simultanée de gaz carbonique, d'eau et d'acide sulfhydrique, de composés catalysés, le plus souvent par les adsorbants hydrophiles. La couche 2 est composée d'alumine activée selon une technologie connue et constituée d'un déshydratant économique, mécaniquement robuste, permettant une bonne élimination de l'humidité, facilement régénérable à une température relativement basse, faiblement réactif avec le gaz principal. La couche 3 se compose du tamis moléculaire ; ce produit (décrit précédemment) est un déshydratant connu relativement coûteux ; il est prévu pour l'élimination totale des derniers résidus d'humidité, est régénérable à une température plus élevée que l'alumine, adsorbe également, même en concurrence avec le gaz

carbonique, l'acide sulfhydrique en petites quantités. La couche 4 se compose de "charbon actif". Ce charbon est microporeux, sélectif, de bonne qualité, avec un large spectre de pores, une surface importante, apte à éliminer toutes les impuretés odorantes restées au niveau de quelques ppm (parties par million) après les purifications précédentes. Il est régénérable à température élevée à l'instar des tamis moléculaires. A ces quatre couches ou lits principaux vient s'ajouter une "couche de garde" facultative, composée d'adsorbants qui pourraient être également de type non régénérable ("charbon imprégné", par exemple) qui, en général, sont très coûteux et destinés uniquement à certaines impuretés bien ciblées. Pour fonctionner de manière à respecter les finalités du présent brevet, les couches citées doivent rester séparées. Cette séparation peut être réalisée au moyen de tamis spéciaux pour chaque section. Une solution préférée, qui évite ce type d'installation complexe à tamis séparateurs, consiste, au contraire, pour empêcher le mélange des différents adsorbants, à réguler le flux du gaz carbonique, au moyen du contrôle et de la régulation de sa vitesse spécifique de passage dans les différentes sections ou couches, ou les différents lits. Lorsque la vitesse du gaz carbonique est trop élevée, on détermine, en effet, le soulèvement ou le mouvement mélangeur des granules de l'adsorbant. Pour connaître cette vitesse, on mesure les pertes de charge subies par le gaz carbonique en passant à travers les différentes couches. Chaque adsorbant spécifique possède ses propres caractéristiques, relatives à sa forme et à sa densité, qui permettent de définir la perte de charge liée à la traversée de la couche correspondante. Cela permet, au moyen d'un

- 10 -

instrument de contrôle simple de la pression différentielle P existante, entre l'entrée et la sortie des couches (simples ou multiples), de mesurer le débit du gaz carbonique en circulation ; en

5 conséquence, la mesure précédente permet d'éviter, avec l'étranglement de la tubulure H, que ce débit ne dépasse la limite préétablie ou spécifique au-delà de laquelle on détermine le soulèvement et le mélange des granulés des adsorbants. D'après la figure

10 jointe, on peut également constater que, bien que le flux monte dans le réservoir A, dans le réservoir B, un flux L descend, constituant le débit de gaz carbonique provenant d'une tubulure M d'un système de régénération et utilisé pour procéder à la

15 régénération des adsorbants contenus dans ledit réservoir B. Ce flux régénérateur présente évidemment une sortie spécifique N de circuit vers des directions Q usuelles. Une fois contrôlées la saturation des adsorbants de A et la régénération

20 complète des adsorbants de B (non représentés, mais disposés comme ceux de A), par des moyens connus, un système traditionnel de vannes permet l'inversion des flux précités, déterminant donc la régénération des adsorbants du réservoir A et l'utilisation

25 purificatrice des adsorbants contenus dans le réservoir B. Bien qu'il ne soit pas représenté pour simplifier l'exposé, le circuit régénérateur concernant le réservoir B est également présent et fonctionne de manière analogue sur le réservoir A.

30

35

REVENDICATIONS

1) Procédé de purification du gaz carbonique
généralisé par des processus industriels adaptés,
5 notamment par fermentation, caractérisé en ce qu'il
prévoit une série de couches ou de lits d'adsorbants
divers (1, 2, 3, 4, 5), chacun(e) destiné(e) à une
fonction de purification spécifique, chacun(e)
disposé(e) dans la série de sorte à éliminer
10 séquentiellement les différentes impuretés de manière
optimale, et chacun régénérable avec le même système
que la couche précédente du même gaz de régénération,
ledit procédé étant réalisé par l'intégration des
deux systèmes dans un seul et même appareil constitué
15 de deux réservoirs contenant des lits adsorbants-
purificateurs, d'un système de vannes usuelles pour
permettre un fonctionnement en continu et d'un
système de régénération.

20 2) Procédé selon la revendication précédente,
caractérisé par une séparation des couches (1, 2, 3,
4, 5) réalisée par régulation de la vitesse
d'écoulement du gaz carbonique à l'intérieur des
réservoirs (A, B), ladite régulation utilisant une
25 mesure différentielle de la pression entre le début
et la fin du passage à travers les couches simples ou
multiples (P).

3) Procédé selon les revendications
30 précédentes, caractérisé par la présence
éventuelle d'une charge de garde (5) comme
dernière couche d'adsorbant traversée par le flux,
ladite charge de garde pouvant être constituée
d'adsorbants pour des impuretés résiduelles
35 spécifiques.

4) Structures purificatrices employées pour la mise en oeuvre du procédé selon la revendication 1, comprenant des réservoirs contenant des couches d'adsorbants spécifiques (1, 2, 3, 4, 5) traversées par un flux de gaz carbonique selon l'ordre numérique spécifique indiqué, établi pour obtenir un rendement optimum des adsorbants.

5) Structures purificatrices (A, B) intégrées dans une installation régulée par des vannes, selon une technique connue, pour mettre en oeuvre la régénération de l'une des structures (B), tandis que l'autre structure (A) remplit une fonction purificatrice.

6) Structures selon la revendication 4, traversées par le gaz carbonique en phase de purification et de régénération, à une vitesse n'occasionnant pas de soulèvements ou de déplacements des granules des différents adsorbants afin de ne pas altérer la stratification, lesdites vitesses pouvant être mesurées et modifiées par des moyens connus.

25

30

35

1/1

