

A1

**DEMANDE
DE BREVET D'INVENTION**

(21)

N° 80 04928

(54) Procédé de cristallisation d'une solution par extraction de calories, utilisation dudit procédé pour la purification de solutions aqueuses de soude et dispositif de mise en œuvre correspondant.

(51) Classification internationale (Int. Cl. ³). B 01 D 9/00; C 01 D 1/04, 1/30.

(22) Date de dépôt..... 5 mars 1980.

(33) (32) (31) Priorité revendiquée :

(41) Date de la mise à la disposition du
public de la demande..... B.O.P.I. — « Listes » n° 37 du 11-9-1981.

(71) Déposant : Société dite : SOCIETE FRANÇAISE WHITING FERMONT, résidant en France.

(72) Invention de : Michel Malfand et Philippe Chevreux.

(73) Titulaire : *Idem* (71)

(74) Mandataire : Jacques Peuscet, conseil en brevets,
3, square de Maubeuge, 75009 Paris.

PROCEDE DE CRISTALLISATION D'UNE SOLUTION PAR EXTRACTION DE CALORIES, UTILISATION DUDIT PROCEDE POUR LA PURIFICATION DE SOLUTIONS AQUEUSES DE SOUDE ET DISPOSITIF DE MISE EN OEUVRE CORRESPONDANT.

5 La présente invention a trait à un procédé de cristallisation d'une solution par extraction de calories ; ce procédé trouve particulièrement son application dans la purification des solutions aqueuses d'hydroxyde de sodium et permet de séparer une forte proportion du chlorure de sodium con-
10 tenu dans les solutions de soude habituellement obtenues ; l'invention a également trait à un dispositif permettant de mettre en oeuvre ledit procédé.

 On sait qu'une technique bien connue pour obtenir la cristallisation d'une solution consiste à évaporer sous pres-
15 sion réduite le solvant de ladite solution de façon à extraire de la solution les calories correspondant à la chaleur latente de vaporisation du solvant. On peut ainsi provoquer dans la solution une cristallisation, par sursaturation, du produit dissout à la température atteinte, et la bouillie contenant le solvant et les cristaux est soumise ensuite à une sé-
20 paration, la liqueur-mère étant recyclée dans l'appareil de cristallisation. Dans cette technique, il est nécessaire d'extraire du cristalliseur les vapeurs de solvant sous pression réduite et cette extraction pose quelques problèmes, compte-
25 tenu du fait que la vapeur à extraire a un volume spécifique très important, ce qui exclut pratiquement l'utilisation d'extracteurs mécaniques tels que des compresseurs. La vapeur extraite doit être ensuite condensée et, pour ce faire, on désire utiliser l'eau industrielle disponible, dont la température est habituellement voisine de 15 à 20°C environ. Il en
30 résulte que la pression dans le condenseur est pratiquement imposée pour un solvant donné, de sorte que le taux de compression du dispositif d'extraction de vapeur est également imposé. Pour obtenir ce taux de compression, on est amené à
35 mettre en oeuvre des extracteurs de vapeur dits "thermocompresseurs", qui utilisent une grande quantité de vapeur d'eau à température relativement élevée, et il en résulte que ces procédés de cristallisation sont de gros consommateurs d'énergie.

40 Pour améliorer cet état de la technique en vue d'é-

conomiser l'énergie, on a déjà proposé, par exemple dans le brevet français 2 263 977, un procédé qui consiste à injecter dans la solution, que l'on désire faire cristalliser, un fluide réfrigérant à l'état liquide, ce fluide se vaporisant en traversant la solution et extrayant de ladite solution les calories correspondant à sa chaleur latente de vaporisation. Le fluide réfrigérant gazeux est extrait à la partie supérieure du cristalliseur et reliquéfié pour être recyclé à la partie basse du cristalliseur. La liquéfaction du fluide réfrigérant s'effectue par passage à travers un compresseur puis à travers un échangeur thermique refroidi par de l'eau industrielle ; l'eau de l'échangeur extrait du fluide réfrigérant comprimé les calories correspondant à la chaleur latente de liquéfaction. Le compresseur, qui agit sur le fluide réfrigérant gazeux, peut, sans difficulté, être un compresseur mécanique car le volume spécifique du fluide réfrigérant gazeux traité est suffisamment réduit. On évite donc ainsi d'utiliser un thermocompresseur gros consommateur d'énergie. Par contre, un tel procédé de cristallisation comporte plusieurs inconvénients : en premier lieu, le fluide réfrigérant gazeux, qui est recomprimé, contient, malgré les précautions que l'on peut prendre, de fines gouttelettes de la solution traitée, ce qui a généralement un effet néfaste sur la longévité du compresseur, qui agit sur ledit fluide réfrigérant gazeux. En second lieu, le fluide réfrigérant gazeux, qui traverse le compresseur, a souvent un effet solvant sur l'huile de lubrification du compresseur et amène, par conséquent, cette huile dans le cristalliseur, ce qui perturbe la cristallisation désirée. En troisième lieu, on retrouve dans l'huile de lubrification du compresseur une fraction du fluide réfrigérant, ce qui est très préjudiciable à la lubrification dudit compresseur et agit encore sur sa longévité.

La présente invention a pour but de proposer un procédé de cristallisation et un dispositif de mise en oeuvre correspondant permettant d'éviter simultanément tous les inconvénients précités. Dans ce procédé, le fluide réfrigérant primaire, qui est injecté dans le cristalliseur, n'est mis en contact avec aucun compresseur et circule en circuit fermé en passant à l'intérieur d'un échangeur thermique, qui est refroidi par un autre fluide réfrigérant dit "fluide réfrigérant secondaire". Le fluide réfrigérant secondaire est sou-

mis à un cycle classique : il est envoyé dans l'échangeur sus-
mentionné sous forme liquide et en ressort sous forme gazeu-
se ; après quoi, il est recomprimé par passage dans un compres-
seur et liquéfié dans un condenseur refroidi à l'eau. L'avan-
5 tage du procédé selon l'invention est que le fluide réfrigé-
rant primaire, qui est en contact avec la solution à cristal-
liser, ne passe dans aucun compresseur, de sorte que l'on
évite tous les effets néfastes, qui existent dans l'état de
la technique en raison du fait que ledit fluide réfrigérant
10 primaire traverse un compresseur lubrifié : en particulier,
aucune trace d'huile de lubrification ne peut venir perturber
la cristallisation dans le cristalliseur et les gouttelettes
de solution à cristalliser entraînées par le fluide réfrigé-
rant primaire ne sont injectées dans aucune machine tournante
15 de compression, puisque le fluide réfrigérant primaire traver-
se simplement un échangeur thermique. Par ailleurs, le com-
presseur, qui est utilisé sur le fluide réfrigérant secondaire,
travaille dans de meilleures conditions puisqu'il se trouve
à l'abri de toute trace de solution à cristalliser et, qu'en
20 outre, on peut choisir le fluide réfrigérant secondaire, de
façon qu'il n'ait que peu ou pas d'effet solvant sur l'huile
de lubrification du compresseur. Enfin, la boucle de réfrigé-
ration secondaire, qui comprend le compresseur et le conden-
seur et qui est associée à l'échangeur primaire, peut consti-
25 tuer un sous-ensemble standard susceptible d'être associé à
des installations, dont les caractéristiques particulières
sont différentes.

On sait que la cristallisation par injection de fluide
réfrigérant liquide est un procédé, qui a déjà été utilisé
30 pour la purification des solutions aqueuses d'hydroxyde de
sodium. En effet, les solutions aqueuses d'hydroxyde de so-
dium, obtenues comme sous-produits dans la production de chlo-
re, sont généralement fournies par l'un ou l'autre de deux
procédés : l'un des procédés met en oeuvre des cellules à
35 diaphragme et l'autre des cellules à mercure. Les solutions
aqueuses de soude produites à partir des cellules à diaphrag-
me ont un prix de vente relativement bas car elles contiennent,
après concentration, une certaine quanti-
té de chlorure de sodium, par exemple environ 1 % en poids de
40 chlorure de sodium. Au contraire, les solutions de soude ob-

tenues à partir du procédé mettant en oeuvre des cellules à mercure ne contiennent que très peu de chlorure de sodium, de sorte que leur prix de vente est beaucoup plus élevé. Il en résulte qu'il est hautement souhaitable de pouvoir purifier les solutions aqueuses de soude en extrayant les impuretés qui y sont dissoutes, de façon que la soude produite à faible prix à partir des cellules à diaphragme ait des caractéristiques de pureté comparables aux solutions de soude obtenues à partir du procédé mettant en oeuvre des cellules à mercure. A cet égard, on a déjà proposé, par exemple dans le brevet français 2 263 977 susmentionné, un procédé qui consiste à refroidir la solution d'hydroxyde de sodium de manière qu'elle devienne sursaturée en hydrate de soude, à former à partir de la solution sursaturée une bouillie contenant des cristaux de soude hydratée et des cristaux d'impureté, et à séparer les deux types de cristaux ainsi obtenus ; on a constaté, en effet, que la soude cristallise sous forme de dihydrate de soude en gros cristaux, alors que le chlorure de sodium contenu dans la solution initiale cristallise sous forme de petits cristaux, de sorte qu'il est possible de séparer les deux types de cristaux en jouant sur leur différence de taille. Pour réaliser la cristallisation de la solution aqueuse de soude, qui constitue l'alimentation du cristalliseur, on injecte dans la partie basse du cristalliseur un fluide réfrigérant liquéfié qui refroidit la solution de soude et provoque la cristallisation ; le fluide réfrigérant liquide prend, dans cette opération, des calories à la solution de soude traitée et est récupéré sous forme gazeuse à la partie supérieure du cristalliseur, ledit fluide réfrigérant gazeux étant ensuite comprimé puis refroidi pour être à nouveau ramené à l'état liquide et recyclé dans le cristalliseur.

Le procédé selon l'invention trouve son application pour perfectionner le procédé de purification d'hydroxyde de sodium qui vient d'être défini et, dans ce cas, le fluide réfrigérant primaire ne se trouve plus en contact avec aucun compresseur, de sorte que le compresseur peut travailler sans risque d'être en contact avec des particules de soude ; en outre, on a constaté que l'on améliorerait grandement la fiabilité du procédé en utilisant l'invention, étant donné que l'huile de lubrification du compresseur ne perturbe plus la

double cristallisation, qui intervient dans le cristalliseur.

La présente invention a, en conséquence, pour objet un procédé de cristallisation d'une solution d'au moins un produit cristallisable, solution dont la vapeur saturante à la température de cristallisation n'est pas condensable par l'eau industrielle disponible, procédé dans lequel on refroidit ladite solution jusqu'à une température à laquelle elle est sursaturée de façon à faire précipiter des cristaux, le refroidissement de la solution étant obtenu par mélange avec un fluide réfrigérant primaire liquide, qui se gazéifie en extrayant des calories de ladite solution, et dans lequel on sépare ensuite lesdits cristaux de la solution pour les récupérer, caractérisé par le fait que l'on fait circuler le fluide réfrigérant primaire dans un circuit fermé sur lequel on dispose un échangeur primaire, qui assure la liquéfaction du fluide primaire gazeux, sans compression préalable, par simple échange thermique avec un fluide réfrigérant secondaire.

Dans un mode préféré de mise en oeuvre du procédé selon l'invention, on amène le fluide secondaire à l'échangeur primaire sous forme liquide et l'on évacue le fluide réfrigérant secondaire de l'échangeur primaire sous forme au moins partiellement gazeuse, on comprime le fluide secondaire gazeux et on le liquéfie par passage dans un échangeur secondaire (ou condenseur), avant de le réintroduire dans l'échangeur primaire ; on comprime le fluide secondaire gazeux au moyen d'un compresseur mécanique lubrifié par une huile de graissage et l'on choisit le fluide réfrigérant secondaire de façon qu'il ne constitue pas un solvant de ladite huile de graissage ; on choisit, de préférence, comme fluide réfrigérant secondaire l'ammoniac ou un chlorofluoroalcane ; on alimente l'échangeur secondaire par de l'eau de refroidissement à température ambiante pour obtenir la liquéfaction du fluide réfrigérant secondaire comprimé ; on choisit un fluide réfrigérant primaire facilement séparable de la solution à cristalliser ; de préférence, on choisit le fluide réfrigérant primaire dans le groupe formé par le butane, le propane et les chlorofluoroalcane.

Dans un cas particulier de mise en oeuvre, le procédé selon l'invention s'applique à la purification d'une

solution de soude (hydroxyde de sodium) ; dans ce cas, le procédé consiste à refroidir une solution de soude contenant une impureté soluble jusqu'à une température à laquelle elle est sursaturée en hydrate de soude, de façon à faire précipiter des gros cristaux d'hydrate de soude et des petits cristaux d'impureté, à séparer les deux types de cristaux et à récupérer les cristaux d'hydrate de soude pour obtenir la solution de soude purifiée désirée, le refroidissement de la solution de soude à purifier étant obtenu par mélange avec un fluide réfrigérant primaire liquide, qui se gazéifie en extrayant des calories de ladite solution, et il est caractérisé par le fait que l'on fait circuler le fluide réfrigérant primaire dans un circuit fermé sur lequel on dispose un échangeur primaire, qui assure la liquéfaction du fluide réfrigérant primaire gazeux, sans compression préalable, par simple échange thermique avec un fluide réfrigérant secondaire.

La présente invention a également pour objet le produit industriel nouveau que constitue un dispositif pour la mise en oeuvre du procédé ci-dessus défini, ce dispositif comportant un cristalliseur alimenté par la solution à cristalliser, ledit cristalliseur envoyant la bouillie de cristaux, obtenue dans le cristalliseur grâce à l'injection d'un fluide réfrigérant primaire liquide, vers une installation de séparation permettant de récupérer les cristaux et de recycler la liqueur-mère vers le cristalliseur, caractérisé par le fait que le cristalliseur comporte, dans sa partie haute, une extraction de fluide réfrigérant primaire gazeux, qui est envoyé sans compression préalable dans un échangeur primaire d'où ledit fluide ressort à l'état liquide, cette sortie de fluide réfrigérant primaire liquide étant injectée dans la partie basse du cristalliseur, ledit échangeur thermique primaire assurant la liquéfaction du fluide réfrigérant primaire par simple échange thermique avec un fluide réfrigérant secondaire.

Dans un mode préféré de réalisation du dispositif ci-dessus défini, le fluide réfrigérant secondaire extrait de l'échangeur primaire alimente un compresseur mécanique, dont la sortie est envoyée dans un échangeur secondaire (ou condenseur) qui permet la liquéfaction du fluide de réfrigé-

ration secondaire et assure ainsi l'alimentation du circuit de fluide secondaire dans l'échangeur primaire ; l'échangeur secondaire assure la condensation du fluide secondaire en étant alimenté par de l'eau à température ambiante.

5 Dans le cas particulier où le procédé selon l'invention s'applique à la purification de soude, le dispositif de mise en oeuvre ci-dessus défini comporte un cristalliseur alimenté par la solution de soude à purifier et l'installation de séparation comporte, d'une part, un séparateur sépa-
10 rant les gros et les petits cristaux de la bouillie fournie par le cristalliseur et, d'autre part, un dispositif d'essorage et de lavage agissant sur les gros cristaux ainsi séparés, lesdits gros cristaux fournissant, après fusion, la solution de soude purifiée désirée, la liqueur-mère étant re-
15 cyclée dans le cristalliseur après passage dans un extracteur qui en sépare les petits cristaux d'impureté.

Pour mieux faire comprendre l'objet de l'invention, on va en décrire ci-après, à titre d'exemple purement illustratif et non limitatif, un mode de réalisation représenté
20 sur le dessin annexé.

Sur ce dessin :

- la figure unique représente schématiquement les différents organes d'un dispositif permettant de mettre en oeuvre le procédé selon l'invention appliqué à la purification d'une solution de soude. Sur le dessin, on a désigné
25 par des flèches noires les flux liquides, par des flèches blanches les flux gazeux et par des flèches noires et blanches les flux gazeux contenant des gouttelettes de liquide.

En se référant au dessin, on voit que l'on a désigné par 1 l'alimentation en solution aqueuse de soude, que l'on désire purifier. Dans l'exemple décrit, cette solution de soude contient 50 % en poids d'hydroxyde de sodium et 1 % en poids de chlorure de sodium ; la solution arrive au cristalliseur 2 à une température de 25°C et à un débit de
30 1 800 kg/h. L'alimentation 1 est injectée à la partie basse du cristalliseur 2 ; cette partie basse reçoit également une alimentation 3 d'un fluide réfrigérant primaire constitué par du butane liquide, dont la température est de 5°C, la pression de 1,25 bar absolu et le débit de 1 100 kg/h. La
40 réalisation du cristalliseur 2 est celle décrite dans l'état

de la technique, par exemple dans le brevet des Etats-Unis d'Amérique n° 3 071 447. Le fluide réfrigérant primaire extrait des calories de la solution de soude et se gazéifie dans le cristalliseur 2, alors que simultanément la température de la solution de soude décroît. La solution de soude devient sursaturée en hydrate de soude et on assiste dans le cristalliseur 2 à une cristallisation simultanée de dihydrate d'hydroxyde de sodium et de chlorure de sodium : le dihydrate de soude cristallise en gros cristaux alors que le chlorure de sodium cristallise en petits cristaux. L'ensemble de ces cristaux transforme la solution de soude en bouillie, qui est évacuée du cristalliseur 2 par la canalisation 4. Le fluide réfrigérant primaire gazéifié est extrait de la partie haute du cristalliseur 2 par la canalisation 5 ; ce fluide réfrigérant gazéifié contient des gouttelettes de solution de soude, dont on le débarrasse partiellement par passage dans un dévésiculeur centrifuge 6, avant de l'amener pour refroidissement dans un échangeur thermique primaire 7. Comme il sera décrit plus loin, l'échangeur primaire 7 extrait des calories du flux de réfrigérant primaire et produit en sortie un fluide réfrigérant primaire liquéfié, qui est réinjecté dans le cristalliseur 2 par la canalisation 3 grâce à la pompe 8.

La bouillie extraite par la canalisation 4 hors du cristalliseur 2 est transportée grâce à la pompe 9 dans un séparateur 10, qui assure la séparation des cristaux de grosse taille constitués par du dihydrate de soude et des cristaux de petite taille constitués par du chlorure de sodium : le flux contenant les gros cristaux est évacué par la canalisation 11 alors que le flux contenant les petits cristaux est évacué par la canalisation 12. La canalisation 11 alimente un dispositif centrifuge 13 pour l'essorage et le lavage des cristaux de dihydrate de soude ; les cristaux sont évacués par la canalisation 14 et envoyés sur un dispositif de fusion 15, qui permet d'obtenir à la sortie 16 une solution de soude purifiée à 52,6 % en poids d'hydroxyde de sodium, à un débit d'environ 900 kg/h. Une partie de la solution de soude purifiée obtenue à la sortie du dispositif 15 est recyclée dans le dispositif centrifuge 13 par la canalisation 17 pour assurer le lavage des cristaux de dihydrate de soude,

la solution de lavage étant extraite par la canalisation 18 et envoyée avec le flux fourni par la canalisation 12 sur un dégazeur 19. Le flux gazeux extrait du dispositif d'essorage 13 et du dégazeur 19 contient des gouttelettes de solution
5 de soude et est envoyé sur le dévésiculeur centrifuge 6, qui sépare le gaz des particules liquides, le gaz étant renvoyé sur l'échangeur primaire 7 et les particules liquides étant ramenées au dégazeur 19 par la canalisation 20. La sortie du
10 dégazeur 19 alimente une purge 22a et un filtre 21 qui permet d'obtenir, d'une part, sur la sortie 22 des cristaux de chlorure de sodium et, d'autre part, dans la canalisation 23 une solution de soude qui est recyclée à la base du cristalliseur 2. La purge 22a élimine l'eau excédentaire introduite par l'alimentation.

15 Il convient de remarquer que, dans le procédé selon l'invention, le flux de fluide réfrigérant primaire, qui est partiellement entraîné hors du cristalliseur 2 par la bouillie évacuée par la canalisation 4 à environ 10°C est entièrement récupéré et réinjecté en tête de l'échangeur primaire 7 grâce
20 aux canalisations 24, 25 et 26, qui reprennent les flux gazeux sur les appareils 19, 10 et 13 respectivement et les amènent sur le dévésiculeur centrifuge 6.

Etant donné que quelques pertes de fluide réfrigérant primaire peuvent s'effectuer, malgré toutes les récupérations réalisées par les canalisations 24, 25, 26, en raison de la présence de traces dans les flux de sortie évacués par les canalisations 16, 22 et 22a, on prévoit une éventuelle réinjection de butane par la canalisation 36 à la base de l'échangeur primaire 7.

30 L'échangeur primaire 7, qui reçoit en tête le fluide réfrigérant primaire gazeux, fait passer ledit fluide dans des tubes, où se produit la condensation du butane par échange thermique avec un fluide réfrigérant secondaire, qui circule autour desdits tubes. Le fluide réfrigérant secondaire
35 est constitué par de l'ammoniac, qui arrive sous forme liquéfiée par la canalisation 27 à une température d'environ 35°C ; l'ammoniac est introduit dans l'échangeur primaire 7 par une vanne réglable, se gazéifie dans ledit échangeur primaire et ressort à l'état gazeux à -5°C en tête de cet échangeur par
40 la canalisation 28. La canalisation 28 alimente un compres-

seur 29, dont la sortie fournit de l'ammoniac gazeux comprimé à 13,5 bars à une température de 35°C. L'ammoniac comprimé passe dans un déshuileur 30 qui renvoie l'huile de lubrification entraînée par l'ammoniac dans le compresseur grâce à la canalisation 31. Le flux d'ammoniac gazeux comprimé est envoyé dans un échangeur thermique secondaire 32, qui joue le rôle de condenseur : la condensation de l'ammoniac est obtenue par un flux d'eau qui entre par la canalisation 33 à 25°C et sort par la canalisation 34 à 30°C. La sortie de l'échangeur secondaire 32 alimente un bac de stockage 35, qui fournit le flux nécessaire à la canalisation 27.

On voit que le butane, qui constitue le fluide réfrigérant primaire, circule en circuit fermé à une pression sensiblement constante de 1,25 bar absolu et à une température constante de 5°C. Les calories extraites par le butane dans le cristalliseur 2 servent uniquement à la transformation du butane liquide en butane gazeux. La transformation inverse s'effectue dans l'échangeur primaire 7. Le butane n'étant jamais en contact avec un compresseur ne peut entraîner d'huile de lubrification ce qui évite toute pollution du système de cristallisation dans le cristalliseur 2.

En outre, le compresseur 29 agit uniquement sur l'ammoniac qui constitue le fluide réfrigérant secondaire et cet ammoniac n'est jamais en contact avec la solution de soude. Il en résulte que la longévité du compresseur est grandement améliorée d'autant plus que l'ammoniac n'est pas un solvant pour l'huile de lubrification, ce qui n'était pas le cas, dans l'état de la technique, lorsque l'on prévoyait le compresseur sur le circuit de butane. Enfin, il est clair que le circuit du fluide réfrigérant secondaire est un circuit standard, qui peut être le même pour des installations de cristallisation différentes, ce qui permet d'améliorer le prix de revient des installations globales selon l'invention.

Il est bien entendu que le mode de réalisation ci-dessus décrit n'est aucunement limitatif et pourra donner lieu à toutes modifications désirables, sans sortir pour cela du cadre de l'invention.

Revendications

1 - Procédé de cristallisation d'une solution d'au moins un produit cristallisable, solution dont la vapeur saturante à la température de cristallisation n'est pas condensable par l'eau industrielle disponible, procédé dans lequel on refroidit ladite solution jusqu'à une température à laquelle elle est sursaturée de façon à faire précipiter des cristaux, le refroidissement de la solution étant obtenu par mélange avec un fluide réfrigérant primaire liquide, qui se gazéifie en extrayant des calories de ladite solution, et dans lequel on sépare ensuite lesdits cristaux de la solution pour les récupérer, caractérisé par le fait que l'on fait circuler le fluide réfrigérant primaire dans un circuit fermé sur lequel on dispose un échangeur primaire, qui assure la liquéfaction du fluide primaire gazeux, sans compression préalable, par simple échange thermique avec un fluide réfrigérant secondaire.

2 - Procédé selon la revendication 1, caractérisé par le fait que l'on amène le fluide secondaire à l'échangeur primaire sous forme liquide, que l'on évacue le fluide réfrigérant secondaire de l'échangeur primaire sous forme au moins partiellement gazeuse, que l'on comprime le fluide secondaire gazeux et qu'on le liquéfie par passage dans un condenseur avant de le réintroduire dans l'échangeur primaire.

3 - Procédé selon la revendication 2, caractérisé par le fait que l'on comprime le fluide secondaire gazeux au moyen d'un compresseur mécanique lubrifié par une huile de graissage et que l'on choisit le fluide réfrigérant secondaire de façon qu'il ne constitue pas un solvant de ladite huile de graissage.

4 - Procédé selon l'une des revendications 2 ou 3, caractérisé par le fait qu'on alimente l'échangeur secondaire par de l'eau de refroidissement à température ambiante pour obtenir la liquéfaction du fluide réfrigérant secondaire comprimé.

5 - Procédé selon l'une des revendications 1 à 4, caractérisé par le fait que l'on choisit un fluide réfrigérant primaire facilement séparable de la solution à cristalliser.

6 - Procédé selon la revendication 1, applicable à

la purification d'une solution d'hydroxyde de sodium, caractérisé par le fait que l'on soumet à cristallisation une solution de soude contenant une impureté soluble cristallisable, qu'on refroidit ladite solution jusqu'à une température à la-

5 quelle elle est sursaturée en hydrate de sodium de façon à faire précipiter des gros cristaux d'hydrate de soude et des petits cristaux d'impureté, que l'on sépare les deux types de cristaux, et que l'on récupère les cristaux d'hydrate de soude pour obtenir la solution de soude purifiée désirée.

10 7 - Dispositif pour la mise en oeuvre du procédé selon l'une des revendications 1 à 6, ce dispositif comportant un cristalliseur alimenté par la solution à cristalliser, ledit cristalliseur envoyant la bouillie de cristaux, obtenue dans le cristalliseur grâce à l'injection d'un fluide
15 de réfrigérant primaire liquide, vers une installation de séparation permettant de récupérer les cristaux et de recycler la liqueur-mère vers le cristalliseur, caractérisé par le fait que le cristalliseur (2) comporte, dans sa partie haute, une extraction (5) de fluide réfrigérant primaire gazeux, qui est envoyé, sans compression préalable, dans un
20 échangeur primaire (7) d'où ledit fluide ressort à l'état liquide, cette sortie de fluide réfrigérant primaire liquide étant injectée dans la partie basse du cristalliseur (2), ledit échangeur thermique primaire (7) assurant la liquéfaction du fluide réfrigérant primaire par simple échange thermique avec un fluide réfrigérant secondaire.

8 - Dispositif selon la revendication 7, caractérisé par le fait que le fluide réfrigérant secondaire extrait de l'échangeur primaire (7) alimente un compresseur mécanique
30 (29), dont la sortie est envoyée dans un condenseur (32), qui permet la liquéfaction du fluide de réfrigération secondaire et assure ainsi l'alimentation du circuit de fluide secondaire de l'échangeur primaire (7).

9 - Dispositif selon la revendication 8, caractérisé
35 par le fait que le condenseur (32) assure la condensation du fluide secondaire en étant alimenté par de l'eau à température ambiante.

10 - Dispositif selon l'une des revendications 7 à 9, utilisable dans le cas de la purification d'une solution
40 d'hydroxyde de sodium, caractérisé par le fait qu'il comporte

un cristalliseur (2) alimenté par la solution de soude à purifier, et que l'installation de séparation comporte, d'une part, un séparateur (10) séparant les gros cristaux et les petits cristaux de la bouillie fournie par le cristalliseur (2) et, d'autre part, un dispositif d'essorage et de lavage (13) agissant sur les gros cristaux ainsi séparés, lesdits gros cristaux fournissant, après fusion, la solution de soude purifiée désirée, la liqueur-mère étant recyclée dans le cristalliseur (2) après passage dans un extracteur (21), qui en sépare les petits cristaux d'impureté.

FIGURE UNIQUE

