



CONFÉDÉRATION SUISSE
OFFICE FÉDÉRAL DE LA PROPRIÉTÉ INTELLECTUELLE

⑪ CH 648 213 A5

⑤① Int. Cl.⁴: B 01 D 3/00
B 01 D 5/00

Brevet d'invention délivré pour la Suisse et le Liechtenstein

Traité sur les brevets, du 22 décembre 1978, entre la Suisse et le Liechtenstein

⑫ **FASCICULE DU BREVET** A5

⑳ Numéro de la demande: 4360/82

㉔ Date de dépôt: 16.07.1982

㉓ Priorité(s): 17.07.1981 FR 81 13959

㉒ Brevet délivré le: 15.03.1985

㉑ Fascicule du brevet
publié le: 15.03.1985

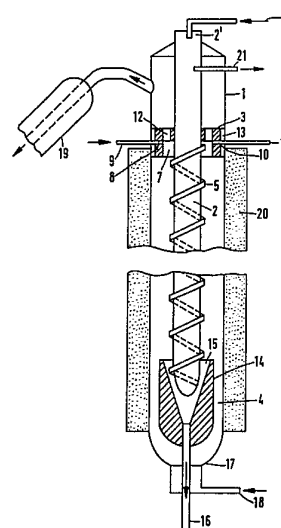
㉑ Titulaire(s):
ROUSSEL-UCLAF, Paris 7e (FR)

㉒ Inventeur(s):
Godbille, Etienne, Villemomble (FR)

㉓ Mandataire:
A. Braun, Braun, Héritier, Eschmann AG,
Patentanwälte, Basel

⑤④ **Dispositif pour concentrer les solutions et récupérer les solvants.**

⑤⑦ Le dispositif comporte une colonne (1) dotée d'un corps chauffant (2) sous forme d'une tige à cannelures (5), d'un anneau répartiteur (3) du liquide à traiter introduit dans la colonne (1) par les canaux (9, 8), d'un vase (4) recevant l'écoulement du liquide concentré, d'un canal (18) pour l'introduction d'un courant gazeux dans la colonne (1) et d'une cheminée chauffante (20) assurant le maintien de la température intérieure de la colonne (1). Le solvant séparé du liquide est condensé dans le réfrigérant (19).



1. Dispositif pour concentrer les solutions et récupérer les solvants d'une manière continue, constitué par une colonne (1) dotée d'un corps chauffant (2) disposé axialement et chauffé par la circulation à l'intérieur du corps d'un liquide thermorégulé, d'un répartiteur (3) du liquide à traiter, d'un moyen (4) assurant simultanément l'écoulement d'un liquide concentré tombant du corps chauffant et l'introduction d'un courant gazeux dans la colonne (1), et d'un moyen (20) assurant le maintien de la température intérieure de la colonne (1), caractérisé en ce que le corps chauffant (2) a la forme d'un doigt de gant et sa surface dans sa partie active destinée à recevoir le liquide à traiter comporte des cannelures hélicoïdales (5), en ce que le répartiteur (3) de liquide à traiter est réalisé sous la forme d'un anneau dont le diamètre intérieur permet le passage de la partie du corps chauffant (2) non active (2'), laquelle n'est pas dotée de cannelures (5), et en ce que le moyen (4) assurant simultanément l'écoulement du liquide concentré tombant du corps chauffant (2) et l'introduction d'un courant gazeux dans la colonne (1) est un corps cylindrique (14) évidé, sous la forme d'un évier (15).

2. Dispositif suivant la revendication 1, caractérisé en ce qu'une partie de la surface de la circonférence intérieure du répartiteur (3) est évidée, cet évidement central (7) communiquant par un canal (8) avec le conduit d'arrivée (9) du liquide à traiter et par un autre canal (10) avec un canal de rinçage (11) et permettant au liquide à traiter d'entrer en contact avec les cannelures hélicoïdales (5) et le corps chauffant (2).

3. Dispositif suivant les revendications 1 et 2, caractérisé en ce que le répartiteur (3) est doté de canaux axiaux (12) disposés d'une manière circulaire, soit d'évidements axiaux (13) disposés sur la circonférence extérieure du répartiteur (3), soit des deux à la fois.

4. Dispositif suivant l'une des revendications 1 à 3, caractérisé en ce que le corps cylindrique (14) évidé sous la forme d'un évier (15) est disposé axialement dans la colonne (1), qu'il est d'un diamètre inférieur au diamètre intérieur de la colonne (1) et que l'évidement sous la forme d'évier (15) reçoit l'extrémité inférieure du corps chauffant (2).

5. Dispositif suivant l'une des revendications 1 à 4, caractérisé en ce que l'évier (15) se prolonge en un conduit dont l'extrémité (16) traverse la partie (17) fermant l'extrémité inférieure de la colonne (1), partie (17) dans laquelle est aménagée également l'entrée (18) pour le courant gazeux.

La présente invention a pour objet un dispositif pour concentrer les solutions et récupérer les solvants.

Plus particulièrement, elle a pour objet un dispositif permettant d'éviter l'accumulation des grandes quantités de solution, en les concentrant au fur et à mesure qu'elles sont introduites dans le dispositif et le traversent, et de réutiliser le solvant.

On connaît des dispositifs pour l'évaporation, en continu, de liquides dont la composition ne change pas durant l'opération en cours. Ces dispositifs sont, par exemple, décrits dans le brevet suisse N° 289059 et le brevet américain N° 3607661.

Le dispositif de l'invention est, par contre, destiné aux liquides provenant d'une colonne de chromatographie. Ces liquides sont constitués par des solutions des différents produits séparés par chromatographie et éluées successivement.

Grâce aux choix des éléments du dispositif et à leur agencement, chacune de ces solutions peut, successivement et à son tour, être concentrée et séparée et les solvants récupérés.

Le dispositif, objet de la présente invention, est défini par la revendication indépendante.

Le dispositif de la présente invention peut être favorablement utilisé, notamment lors des opérations de chromatographie, surtout quand elles sont à l'échelle semi-industrielle ou industrielle.

L'avantage essentiel du dispositif de l'invention réside dans le fait que le volume du liquide peut être réduit afin d'obtenir un taux de concentration désiré (entre tout et rien), d'une façon continue, et cela par régulation de la veine liquide, notamment en fonction du débit de la colonne de chromatographie. Les différents produits contenus dans les solutions issues de la chromatographie restent chronologiquement espacés, de sorte qu'il n'est pas nécessaire de recourir au stockage intermédiaire de solution et que la collecte des concentrats renfermant les différents produits se fait sans risque de nouveau mélange. Cet avantage est fondamental en chromatographie préparative ainsi que pour tout autre processus, physique ou chimique, impliquant l'écoulement d'un fluide dont la composition varie dans le temps.

Un autre avantage très notable consiste en le fait que le solvant évaporé est récupéré et peut être renvoyé en continu à l'origine du procédé, diminuant ainsi dans de notables proportions les volumes mis en jeu.

Enfin, le traitement de concentration, pratique sous gaz inerte, ne laisse le soluté que quelques secondes à la température d'évaporation, circonstances très favorables au traitement des molécules thermolabiles.

Le dispositif peut comprendre les caractères suivants:

- une partie de la surface de la circonférence intérieure du répartiteur est évidée, cet évidement central communiquant par le canal avec le conduit d'arrivée du liquide à traiter et par le canal avec un canal de rinçage et permettant au liquide à traiter d'entrer en contact avec les cannelures hélicoïdales et le corps chauffant;
- le répartiteur est doté soit de canaux axiaux disposés d'une manière circulaire, soit d'évidements axiaux disposés sur la circonférence extérieure dudit répartiteur, soit des deux à la fois;
- le corps cylindrique évidé sous la forme d'un évier (15) est disposé axialement dans la colonne et est d'un diamètre inférieur au diamètre intérieur de la colonne, et l'évidement sous la forme d'un évier est susceptible de recevoir l'extrémité inférieure du corps chauffant;
- l'évier se prolonge en un conduit dont l'extrémité traverse la partie fermant l'extrémité inférieure de la colonne, partie dans laquelle est aménagée également l'entrée pour le courant gazeux.

Le dispositif peut encore être illustré par les modes d'exécution suivants:

- la colonne peut être construite en deux ou plusieurs parties afin de faciliter le montage du dispositif;
- les matériaux utilisés pour la construction des éléments du dispositif sont ceux habituellement employés dans les colonnes de distillation, tels que le verre, les aciers inoxydables, les matières plastiques, telles que le Téflon, le polyéthylène ou le polypropylène;
- les cannelures hélicoïdales du corps chauffant peuvent faire corps avec celui-ci, ou peuvent être appliquées sur ledit corps chauffant; elles peuvent être en acier inoxydable, en verre ou en une matière plastique; tout autre relief favorisant l'écoulement et la distillation sur le corps chauffant du liquide à traiter peut aussi être envisagé;
- le circuit du liquide thermorégulé peut être constitué par une spirale descendante pour emmener ledit liquide, et par un conduit d'évacuation de la colonne dudit liquide refroidi;
- le liquide thermorégulé peut être, par exemple, constitué par de l'eau, du glycol ou une huile;
- le moyen assurant le chauffage du corps chauffant peut aussi être constitué par un dispositif électrique ou par un circuit de gaz chauffant, tel que la vapeur d'eau ou un gaz inerte;
- le corps cylindrique constituant le moyen assurant l'écoulement du liquide concentré de la colonne peut être tenu en place par des ergots de maintien placés dans la colonne et il peut être en verre, en matière plastique ou en acier inoxydable;
- la colonne peut, suivant l'échelle des installations auxquelles elle peut être adjointe, avoir une longueur de 2 à 7 m et un diamètre allant de 80 à 350 mm, pour des débits de 3 à 150 l/h; des échelles plus petites ou plus grandes sont également réalisables;

- la cheminée chauffante de la colonne peut être constituée par une enveloppe dotée d'un dispositif de chauffage, tel qu'un circuit électrique, un liquide thermoréglé ou un gaz; ce dispositif de chauffage pourrait aussi être relié au moyen de chauffage du corps chauffant et fonctionner en série;
 - les cannelures hélicoïdales du corps chauffant sont disposées selon un angle plus ou moins aigu par rapport à l'axe dudit corps chauffant; cet angle est de préférence très petit afin de diminuer la vitesse d'écoulement de la solution le long desdites cannelures et de faciliter également de cette manière l'évaporation du solvant; en choisissant un faible angle d'inclinaison des cannelures, le nombre des cannelures, sur une longueur donnée du corps chauffant, est beaucoup plus grand, donc l'évaporation du solvant est encore améliorée;
 - le canal du répartiteur et le canal du conduit d'arrivée du liquide à traiter peuvent être reliés par un raccordement disposé à cet effet; dans une variante, ils peuvent également être remplacés par un seul canal traversant la colonne et le répartiteur; il en est de même pour le canal du répartiteur qui communique avec le canal du rinçage;
 - la longueur du canal et du canal du répartiteur est choisie favorablement, de telle manière que le liquide à traiter et le liquide de rinçage soient amenés à proximité du corps chauffant.
- Les dessins annexés illustrent l'invention à titre d'exemple.
- Sur ces dessins, les dimensions et les proportions sont souvent exagérées afin de rendre le dessin plus clair.
- La fig. 1 représente la vue schématique de l'ensemble du dispositif de l'invention;
- la fig. 2 représente la vue schématique en coupe du répartiteur 3;
- la fig. 3 représente la vue schématique en projection d'en bas du répartiteur 3.
- Sur ces dessins:
- (1) représente la colonne,
 - (2) le corps chauffant,
 - (2') la partie non active du corps chauffant 2, qui n'est pas dotée de cannelures,
 - (3) le répartiteur du liquide à traiter,
 - (4) le moyen assurant simultanément l'écoulement du liquide concentré tombant du corps chauffant 2, et l'introduction d'un courant gazeux dans la colonne 1,
 - (5) les cannelures hélicoïdales dont est doté le corps chauffant dans sa partie active destinée à recevoir le liquide à traiter,
 - (6) le moyen sous la forme d'un circuit de liquide thermoréglé assurant le chauffage du corps chauffant,
 - (7) l'évidement central du répartiteur 3,
 - (8) le canal du répartiteur 3 communiquant avec le conduit d'arrivée 9 du liquide à traiter,
 - (10) le canal du répartiteur 3 qui communique avec le canal de rinçage 11,
 - (12) les canaux axiaux du répartiteur 3,
 - (13) les évidements axiaux du répartiteur 3,
 - (14) le corps cylindrique sous la forme duquel est exécuté le moyen 4,
 - (15) l'évier sous la forme duquel est évidé le corps cylindrique 14,
 - (16) l'extrémité du conduit par lequel se prolonge l'évier 15,
 - (17) la partie fermant l'extrémité inférieure de la colonne 1,
 - (18) l'entrée dans la colonne 1 pour le gaz,
 - (19) le réfrigérant pour condenser le solvant évaporé et entraîné par le courant gazeux,
 - (20) la cheminée chauffante, et
 - (21) le conduit d'évacuation du liquide thermoréglé refroidi.
- Le dispositif de la présente invention peut être utilisé comme décrit ci-après.
- Une solution devant être concentrée et le solvant récupéré est introduite par les canaux 9 et 8 dans l'évidement central 7 du répartiteur 3. Une fois introduite dans l'évidement central 7, de préférence à proximité du corps chauffant, la solution entre en contact avec la partie active du corps chauffant 2, c'est-à-dire celle dotée des cannelures hélicoïdales 5.
- Une fois ce contact établi, le liquide commence à descendre le long du corps chauffant 2, en suivant les cannelures hélicoïdales 5 de ce dernier 2. En descendant, la solution s'échauffe et, sous l'action conjuguée du chauffage et du gaz qui remonte dans la colonne 1, le solvant s'évapore et est entraîné par le courant gazeux introduit dans la colonne 1 par l'entrée 18, vers le sommet de la colonne 1.
- Une fois que les vapeurs ont traversé le répartiteur 3, grâce aux évidements axiaux 13 et/ou aux canaux axiaux 12, elles s'acheminent vers le réfrigérant 19 où elles sont condensées et à la sortie duquel 19 le solvant est récupéré.
- La solution concentrée est collectée dans l'évier 15 et emmenée par le conduit 16 vers un traitement ultérieur.
- Comme gaz, on utilise de préférence un gaz inerte tel que l'azote.
- Le débit et la température du courant gazeux jouent un rôle important dans l'évaporation du solvant.
- Ils dépendent:
- de la nature du solvant à évaporer,
 - du débit de liquide injecté dans la colonne,
 - de la température que la nature du soluté autorise d'utiliser,
- compte tenu du très bref temps auquel le soluté est soumis à cette température.
- En règle générale, la régulation de température sera légèrement inférieure au point d'ébullition du solvant à évaporer et l'on réglera le débit gazeux pour obtenir le ratio de concentration désiré.
- La cheminée chauffante 20 permet à l'intérieur de la colonne 1 de garder la température y régnant et par ce fait d'empêcher que ne se produise la condensation des vapeurs du solvant sur la paroi et que le condensat qui se formerait ne s'accumule ainsi dans l'extrémité inférieure de la colonne 1 et ne pénètre dans l'entrée 18 réservée au courant gazeux.

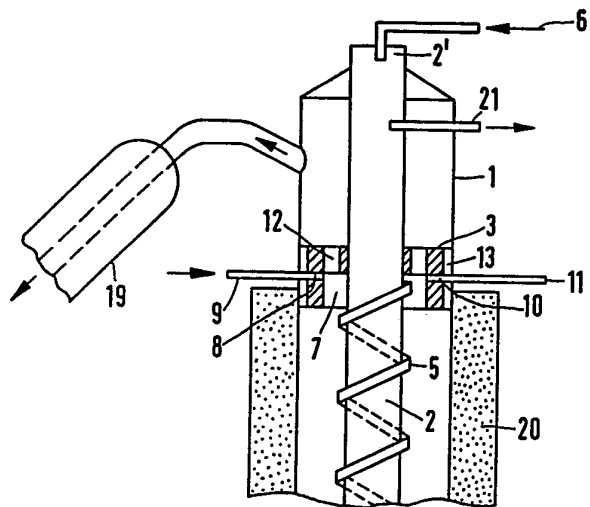


FIG. 1

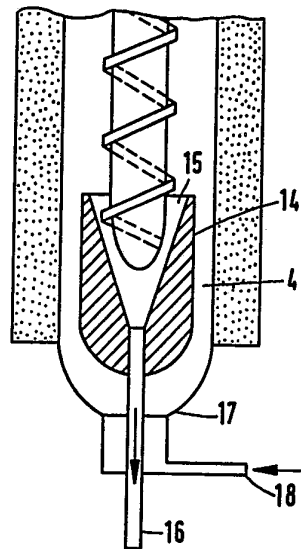


FIG. 2

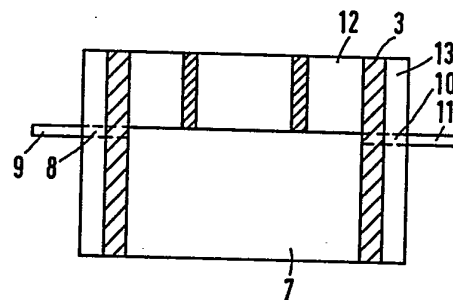


FIG. 3