

ROYAUME DE BELGIQUE

BREVET D'INVENTION



MINISTERE DES AFFAIRES ECONOMIQUES

NUMERO DE PUBLICATION : 1001727A3

NUMERO DE DEPOT : 8701365

Classif. Internat.: B01D C01C

Date de délivrance : 20 Février 1990

Le Ministre des Affaires Economiques,

Vu la Convention de Paris du 20 Mars 1883 pour la Protection de la propriété industrielle;

Vu la loi du 28 Mars 1984 sur les brevets d' invention, notamment l' article 22;

Vu l' arrêté royal du 2 Décembre 1986 relatif à la demande, à la délivrance et au maintien en vigueur des brevets d' invention, notamment l' article 28;

Vu le procès verbal dressé le 01 Décembre 1987 à 11h50
à l' Office de la Propriété Industrielle

ARRETE :

ARTICLE 1.- Il est délivré à : BORSODI VEGYI KOMBINAT
KAZINCBARCIKA 3702(HONGRIE)

représenté(e)s par : OSCHINSKY Pierre, Rue Joseph Cuylits, 31 - 1180 BRUXELLES.

un brevet d' invention d' une durée de 20 ans, sous réserve du paiement des taxes annuelles, pour : PROCEDE POUR DIMINUER OU ELIMINER COMPLETEMENT LA TENEUR EN EAU DE MATIERES LIQUIDES SENSIBLES A LA CHALEUR.

INVENTEUR(S) : Adam Istvan, Pattantyus u. 1., Kazincbarcika (HU);Makai Gyula, Fő tér 32., Kazincbarcika (HU);Ollari Istvan, Mikszath K. u. 21., Kazincbarcika (HU)

Priorité(s) 01.12.86 HU HUA 497286

ARTICLE 2.- Ce brevet est délivré sans examen préalable de la brevetabilité de l' invention, sans garantie du mérite de l' invention ou de l' exactitude de la description de celle-ci et aux risques et périls du(des) demandeur(s).

Bruxelles, le 20 Février 1990
PAR DELEGATION SPECIALE :


WUYTS L
Directeur.

Procédé pour diminuer ou éliminer complètement la teneur en eau de matières liquides sensibles à la chaleur.

La présente invention est relative à un nouveau procédé pour diminuer ou éliminer complètement la teneur en eau de matières liquides sensibles à la chaleur telles que des masses fondues ou des solutions contenant au maximum 10% en poids d'eau, par évaporation de celles-ci à une température d'au plus 30°C supérieure à celle du point de fusion de la masse fondue ou de la température à laquelle les cristaux précipitent dans la solution.

Dans des procédés connus utilisés à ce propos, la teneur en eau résiduelle des masses fondues et des solutions était éliminée par évaporation sous vide ou par évaporation en film (A.G.Kosatkin: Basic Operations, Machines and Equipments of the Chemical Industry (Hongrie), 3ème Edition, Műszaki Kiadó, Budapest, 1976, Chapitre IX).

L'utilisation de l'évaporation sous vide est limitée par le fait que la quantité de chaleur requise pour évaporer la teneur en eau doit être transférée au système liquide à une température assez élevée pour provoquer une décomposition nuisible, éventuellement irréversible de la matière à évaporer ou même éventuellement conduire à une explosion. De plus, cette méthode requiert énormément d'énergie puisque, en plus de la quantité de chaleur nécessaire à l'évaporation de la teneur en eau, il faut aussi de l'énergie (courant électrique, vapeur, eau de refroidissement) pour établir le vide.

Dans le cas de l'évaporation en film, on exploite mieux la chaleur transférée à la matière liquide en ce que, dans l'évaporateur à film, la masse fondue ou la solution chaude est mise en contact sur une grande surface (sur la surface totale des

tuyaux de l'évaporateur) avec le milieu qui prélève la teneur en eau, c'est-à-dire avec une quantité relativement importante d'air préchauffé. On utilise dans cette méthode le principe du contact direct à contre-courant pour éliminer la teneur en eau, mais en plus de la chaleur d'évaporation de la teneur en eau à éliminer, il faut de l'énergie supplémentaire pour déplacer et préchauffer une grande quantité d'air.

L'objet de la présente invention est de mettre au point un procédé réalisant la diminution ou l'élimination complète de la teneur en eau de matières liquides sensibles à la chaleur à une faible température et avec des faibles besoins en énergie, en supprimant les inconvénients des procédés connus.

L'invention repose sur la constatation selon laquelle l'objet ci-dessus peut être complètement atteint par l'introduction de la matière liquide dans une colonne d'extraction à plateaux et l'envoi d'un gaz à contre-courant à travers la colonne avec une vitesse comprise entre 25 cm/sec et 110 cm/sec, telle qu'elle est calculée pour la section droite totale. Dans ce cas, la vitesse réelle à travers l'ouverture des plateaux sera de 6 à 25 m/sec, résultant du fait que la section droite libre est bien inférieure.

En fait, la Demanderesse a établi au cours de ses expériences, qu'en utilisant la vitesse donnée d'écoulement gazeux, les plateaux de la colonne d'extraction fonctionnent comme une colonne de mousse et donc, étant donné que la surface de contact entre le liquide et le gaz est maximum dans une colonne de mousse, on peut obtenir l'effet d'évaporation désiré en utilisant une quantité de gaz d'extraction extraordinairement faible, cette dernière étant d'au moins d'un ordre de grandeur

inférieure à celle qui est mise en oeuvre dans des évaporateurs à film, si bien que le besoin en énergie devient bien inférieur.

La présente invention est relative à un nouveau procédé pour diminuer ou éliminer complètement la teneur en eau de matières liquides sensibles à la chaleur, comme des masses fondues ou des solutions contenant au maximum 10% en poids d'eau, par évaporation de celles-ci à une température d'au plus 30°C supérieure au point de fusion de la masse fondue ou à la température à laquelle les cristaux précipitent de la solution. Le procédé de l'invention comprend la réalisation de l'évaporation dans une colonne d'extraction à plateaux, à travers laquelle un gaz est envoyé à contre-courant à une vitesse comprise entre 25 cm/sec et 110 cm/sec. Le gaz utilisé est convenablement de l'air.

La colonne utilisée dans le procédé de l'invention est connue en tant qu'équipement de l'industrie chimique depuis longtemps (voir par exemple A.G. Kasatkin, cité plus haut, p. 477) et elle est utilisée comme adsorbant dans plusieurs secteurs de l'industrie chimique. Elle est fréquemment employée comme désorbant ou colonne de distillation; cependant, son utilisation en tant qu'évaporateur est complètement nouvelle.

L'avantage fournie par l'utilisation d'une colonne d'extraction comme une colonne de mousse, résulte notablement de la grande surface de contact existant entre les deux phases, puisque les conditions d'équilibre appartenant aux pression, température et concentration données peuvent être atteintes avec un rendement beaucoup plus élevé qu'avec une surface de contact plus petite, en supposant les mêmes temps de séjour. Il peut être clairement compris qu'il y a une surface de contact beaucoup plus grande dans la couche de mousse remplie de fines bulles qu'on ne peut en avoir

sur la surface des tuyaux des évaporateurs à film employés jusqu'à maintenant ou dans le séparateur d'évaporateurs à vide.

On a besoin de $10\ 000\ \text{Nm}^3/\text{h}$ d'air avec un évaporateur à film ayant une surface de $150\ \text{m}^2$. Pour faire fonctionner une colonne avec le même rendement, une quantité de $500\ \text{Nm}^3/\text{h}$ d'air est satisfaisante, c'est-à-dire que dans le procédé de l'invention, le besoin en air est le dixième de celui qui est requis dans un évaporateur à film. Le travail de transfert et l'énergie requise pour le chauffage de la quantité d'air sont donc notablement réduits.

Les avantages de la présente invention peuvent être résumés de la façon suivante:

a) L'élimination de la teneur en eau peut être réalisée dans un appareil de plus petites dimensions, c'est-à-dire en utilisant moins de matériaux de construction dans des ateliers de moindre volume.

b) Le besoin en gaz peut être réduit d'au moins un ordre de grandeur par rapport à l'évaporation en film.

c) L'énergie requise pour obtenir le même rendement d'évaporation et pour préchauffer le gaz est plus faible.

d) L'évaporation peut être réalisée avec une plus grande sécurité.

e) La diminution de la quantité de gaz utilisée réduit celle des gaz contaminés résultants de l'évaporation. Les frais de purification sont donc moins élevés que dans le cas de l'évaporation en film.

f) La quantité de matières entrant dans l'environnement et le contaminant pendant l'évaporation est réduite.

Le procédé de l'invention est illustré en détail par les exemples non-limitatifs suivants

Exemple 1

La teneur en eau d'une masse de nitrate d'ammonium fondue contenant 98,5% en poids de nitrate d'ammonium, doit être réduite d'environ 1% en poids, dans une colonne d'évaporation d'extraction de 1,2m de long et de 0,5m de diamètre, construite en acier 304 L. Deux plateaux perforés de barbotage et un plateau de chauffage sont construits dans la colonne. La hauteur du déversoir est de 10cm. Un serpentín tubulaire préparé à partir d'un tuyau de 1 cm de diamètre est placé en six séries sur le plateau de chauffage, avec une surface de chauffage totale de 2,8 m². On introduit dans la colonne, 10 000 kg/h d'une masse fondue contenant 150 kg (1,5% en poids) d'eau à une température de 170°C et ayant un point de solidification de 151°C.

500 Nm³ d'air à une température de 170°C et avec une pression de 2,5 kPa sont injectés dans la colonne pour fournir une vitesse linéaire de 65 cm/sec, telle qu'elle est calculée pour la section droite totale.

L'air barbotant à travers le plateau contenant le nitrate d'ammonium fondu forme une mousse, si bien que la teneur en eau de la masse fondue quittant le plateau est réduite à 0,78% en poids de telle façon que la quantité de chaleur requise pour l'évaporation est couverte par la teneur en chaleur sensible de la masse fondue. Il en résulte que la masse fondue se refroidit à 160°C, en supposant que la température de 170°C de l'air introduit ne change pas pendant le fonctionnement.

Afin de concentrer davantage la matière, la masse fondue quittant le plateau inférieur avec une température de 160°C

et une teneur en eau de 0,78% en poids est envoyée à travers le plateau de chauffage et réchauffée à 170°C, puis dirigée vers le plateau inférieur de barbotage, dans lequel de l'air est injecté avec les paramètres ci-dessus. La teneur en nitrate d'ammonium augmente donc à 99,48% en poids tandis que la température atteint 163 à 165°C. Dans la plupart des cas, par exemple pour la production d'engrais, cette concentration est satisfaisante.

Exemple 2

Une solution de nitrate d'ammonium ayant une concentration de 93% en poids, doit être concentrée à une teneur en eau ne dépassant pas 0,5% en poids. Le diamètre, le matériau de construction de la colonne mise en oeuvre, ainsi que les dimensions et la construction des plateaux sont tels que décrits dans l'exemple 1, mais la longueur totale de la colonne s'élève à 2,5m, le nombre de plateaux de barbotage inclus est de 5 et celui des plateaux de chauffage est de 4.

La solution de nitrate d'ammonium est introduite à une température de 160°C dans le plateau perforé supérieur. La teneur en eau est éliminée au moyen de 750 Nm³ /h d'air ayant une température de 170°C, une vitesse d'écoulement linéaire apparente de 100 cm/sec et une pression de 10 kPa.

Les principales caractéristiques des courants de matière sur les plateaux sont les suivantes:

	A l'entrée	A la sortie
Plateau 1 concentration:	93,0% en poids	95,2% en poids
température:	160,0°C	125,0°C
Plateau 2 concentration:	95,2% en poids	97,1% en poids
température:	170,0°C	140,0°C

08701365

7

Plateau 3	concentration:	97,1% en poids	98,4% en poids
	température:	170,0°C	150,0°C
Plateau 4	concentration:	98,4% en poids	99,1% en poids
	température:	170,0°C	160,0°C
Plateau 5	concentration:	99,1% en poids	99,5% en poids
	température:	170,0°C	164,0°C

Le produit final de l'évaporation est donc une masse fondue ayant une teneur en eau de 0,5% en poids et à une température de 164°C.

Exemple 3

Une masse fondue de nitrate d'ammonium ayant une concentration de 98,7% en poids est évaporée au moyen de 300 Nm³/h d'air à une température de 170°C et une pression de 1,2 kPa dans l'équipement décrit dans l'exemple 1. La vitesse d'écoulement linéaire apparente de l'air dans la colonne s'élève à 40 cm/sec.

Les principales caractéristiques des courants de matière sur les plateaux sont les suivantes:

	A l'entrée	A la sortie
Plateau 1	concentration: 98,7% en poids	99,25% en poids
	température: 170,0°C	162,0°C
Plateau 2	concentration: 99,25% en poids	99,46% en poids
	température: 170,0°C	165,0°C

Le produit final de l'évaporation est donc une masse fondue ayant une teneur en eau de 0,54% en poids et une température de 165°.

Exemple 4

La teneur en eau d'une masse fondue ayant une température de 150°C et contenant 99,0% en poids d'urée doit être réduite à 0,1% en poids dans la colonne décrite dans l'exemple 1. A ce propos, on introduit dans la colonne 500 Nm³/h d'air ayant une température de 150°C et à une pression de 5 kPa. La matière, se refroidissant à 140°C sur le plateau 1, est chauffée sur le plateau chauffant du milieu, puis portée vers le plateau d'évaporation 2.

Les principales caractéristiques des courants de matière sur les plateaux sont les suivantes:

	A l'entrée	A la sortie
Plateau 1, concentration:	99,0% en poids	99,7% en poids
température:	150,0°C	140,0°C
Plateau 2, concentration:	99,7% en poids	99,9% en poids
température:	145,0°C	142,0°C

Le produit final de l'évaporation est donc une urée ayant une teneur en eau de 0,1% en poids et à une température de 142°C.

Exemple 5

La teneur en eau d'une masse fondue contenant 99,5% en poids de caprolactame et ayant une température de 135°C est éliminée dans une colonne analogue à celle qui est décrite dans l'exemple 1, c'est-à-dire qu'elle a les mêmes longueur, matériau de construction et disposition des plateaux, mais un diamètre de 0,4m seulement. On envoie 300 Nm³/h d'azote ayant une température de 130 à 135°C et une pression de 2 kPa à travers la colonne, à une vitesse d'écoulement linéaire de 60 cm/sec. Le produit

08701365

9

quittant la colonne a une température de 130°C et il est pratiquement dépourvu d'eau.

Ainsi que cela ressort de ce qui précède, l'invention ne se limite nullement à ceux de ses modes de mise en oeuvre, de réalisation et d'application qui viennent d'être décrits de façon plus explicite ; elle en embrasse au contraire toutes les variantes qui peuvent venir à l'esprit du technicien en la matière, sans s'écarter du cadre, ni de la portée, de la présente invention.

REVENDEICATIONS

1. Procédé pour diminuer ou éliminer complètement la teneur en eau de matières liquides sensibles à la chaleur, comme des masses fondues ou des solutions contenant au maximum 10 % en poids d'eau, par évaporation de celles-ci à une température d'au plus 30°C supérieure au point de fusion de la masse fondue ou de la température à laquelle les cristaux précipitent de la solution, caractérisé en ce que l'on réalise l'évaporation dans une colonne d'extraction à plateaux, à travers laquelle est envoyé un gaz à contre-courant à une vitesse comprise entre 25 cm/sec et 110 cm/sec.

2. Procédé suivant la revendication 1, caractérisé par l'utilisation d'air en tant que gaz.



Office européen
des brevets

RAPPORT DE RECHERCHE
établi en vertu de l'article 21 § 1 et 2
de la loi belge sur les brevets d'invention
du 28 mars 1984

Numero de la demande
nationale

BE 8701365
BO 651

DOCUMENTS CONSIDERES COMME PERTINENTS			
Catégorie	Citation du document avec indication, en cas de besoin, des parties pertinentes	Revendication concernée	CLASSEMENT DE LA DEMANDE (Int. Cl.4)
Y	GB-A- 805 199 (COMMERCIAL SOLVANTS CORP.) * Revendications *	1	B 01 D 1/14 B 01 D 3/22 C 01 C 1/18
A	---	2	
Y	EP-A-0 070 496 (H. SCHUMACHER) * Page 7, ligne 18 - page 8, ligne 28 *	1	
Y	FR-A-2 346 377 (SHIN-ETSU CHEMICAL CO.) * Page 3, ligne 34 - page 4, ligne 1 *	1	
A	FR-A- 610 334 (AZOGENO) * En entier *	1	
A	GB-A-2 005 146 (THE GOODYEAR TIRE) * Page 2, lignes 63-85 *	1	
A	DE-B-1 032 219 (ESSO RESEARCH) * Column 5, exemple 1 *	1	
			DOMAINES TECHNIQUES RECHERCHES (Int. Cl.4)
			B 01 D C 01 C
		Date d'achèvement de la recherche	Examineur
		13-07-1989	VAN BELLEGHEM W.R.
CATEGORIE DES DOCUMENTS CITES		T : théorie ou principe à la base de l'invention E : document de brevet antérieur, mais publié à la date de dépôt ou après cette date D : cité dans la demande L : cité pour d'autres raisons & : membre de la même famille, document correspondant	
X : particulièrement pertinent à lui seul Y : particulièrement pertinent en combinaison avec un autre document de la même catégorie A : arrière-plan technologique O : divulgation non-écrite P : document intercalaire			

EPO FORM 1503 01.82 (PC/448)

**ANNEXE AU RAPPORT DE RECHERCHE
RELATIF A LA DEMANDE DE BREVET BELGE NO.**

BE 8701365
BO 651

La présente annexe indique les membres de la famille de brevets relatifs aux documents brevets cités dans le rapport de recherche visé ci-dessus.
Lesdits membres sont contenus au fichier informatique de l'Office européen des brevets à la date du 19/07/89
Les renseignements fournis sont donnés à titre indicatif et n'engagent pas la responsabilité de l'Office européen des brevets.

Document brevet cité au rapport de recherche	Date de publication	Membre(s) de la famille de brevet(s)	Date de publication
GB-A- 805199		Aucun	
EP-A- 0070496	26-01-83	DE-A- 3128596 EP-A, B 0077436 US-A- 4503627	27-01-83 27-04-83 12-03-85
FR-A- 2346377	28-10-77	JP-A- 52121087 AU-A- 2375477 BE-A- 853176 DE-A- 2714685 GB-A- 1547051 NL-A- 7703569 SE-A- 7703656 US-A- 4282348	12-10-77 05-10-78 01-08-77 13-10-77 06-06-79 05-10-77 04-10-77 04-08-81
FR-A- 610334		Aucun	
GB-A- 2005146	19-04-79	US-A- 4201628 CA-A- 1110995 DE-A, C 2842868 FR-A, B 2405080 JP-A- 54062171 NL-A- 7810028 US-A- 4303479	06-05-80 20-10-81 12-04-79 04-05-79 18-05-79 10-04-79 01-12-81
DE-B- 1032219		BE-A- 518550 FR-A- 1075427 GB-A- 734218 NL-C- 80636	

EPA	HAUPTDIREKTION RECHERCHE	ZWISCHENDIENSTLICHER VERMERK — INTEROFFICE MEMO — NOTE DE LIAISON	Nummer der Anmeldung Application number Numéro de la demande
EPO	PRINCIPAL DIRECTORATE FOR SEARCHING		BE 87 01 365
OEB	DIRECTION PRINCIPALE RECHERCHE		Prüfer — Examiner — Examinateur VAN BELLEGHEM

Feedback Gesuch - Request for feedback - Demande de feedback

A combiner: GB 805 199 + EP 0 070 496
GB 805 199 + FR 2 346 377