

①9 RÉPUBLIQUE FRANÇAISE  
INSTITUT NATIONAL  
DE LA PROPRIÉTÉ INDUSTRIELLE  
PARIS

①1 N° de publication :  
(à n'utiliser que pour les  
commandes de reproduction)

**2 581 982**

②1 N° d'enregistrement national :

**85 07529**

⑤1 Int Cl<sup>4</sup> : C 01 D 1/42; B 01 D 1/22.

①2

## DEMANDE DE BREVET D'INVENTION

A1

②2 Date de dépôt : 15 mai 1985.

③0 Priorité :

④3 Date de la mise à disposition du public de la  
demande : BOPI « Brevets » n° 47 du 21 novembre 1986.

⑥0 Références à d'autres documents nationaux appa-  
rentés :

⑦1 Demandeur(s) : SOLVAY & Cie (Société Anonyme). —  
BE.

⑦2 Inventeur(s) : Pierre Labeau.

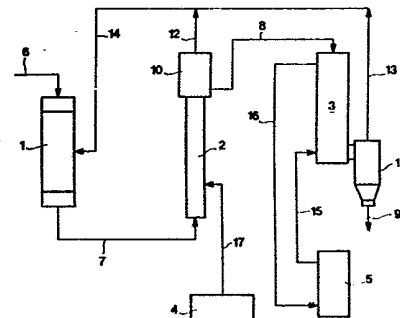
⑦3 Titulaire(s) :

⑦4 Mandataire(s) :

⑤4 Procédé et installation pour la concentration de solutions aqueuses d'hydroxyde de métal alcalin.

⑤7 On soumet la solution à concentrer à trois évaporations consécutives 1, 2, 3; la deuxième évaporation 2 et la troisième évaporation 3 sont exécutées à la pression atmosphérique dans des évaporateurs chauffés respectivement avec de la vapeur d'eau sous pression 17 et avec des sels fondus 15, et la vapeur d'eau 13, 12 qui y est générée sert au chauffage de l'évaporateur pour la première évaporation 1.

L'invention s'applique à la concentration de solution aqueuse d'hydroxyde de sodium.



FR 2 581 982 - A1

D

Procédé et installation pour la  
concentration de solutions aqueuses d'hydroxyde  
de métal alcalin

Cas S. 85/9

SOLVAY & Cie (Société Anonyme)

La présente invention concerne un procédé pour la concentration de solutions aqueuses d'hydroxyde de métal alcalin.

Il est connu de concentrer des solutions aqueuses d'hydroxyde de métal alcalin jusqu'à une teneur pondérale supérieure à 95 %, par évaporation en plusieurs étapes. Ainsi, dans le brevet FR-A-2 078 055 (HCH. Bertrams AG), on décrit un procédé selon lequel la solution aqueuse à concentrer est soumise à deux étapes successives d'évaporation dans deux évaporateurs consécutifs, le second évaporateur fonctionnant à pression atmosphérique et la vapeur d'eau saturée qui y est produite étant utilisée à titre de fluide caloporteur dans le premier évaporateur. Dans les installations mettant en oeuvre ce procédé connu, le deuxième évaporateur constitue généralement l'investissement le plus onéreux; il est habituellement un évaporateur à faisceau tubulaire couplé à un four de fusion d'un mélange de sels métalliques utilisé à titre de fluide caloporteur.

L'invention vise à fournir un procédé qui permette d'augmenter la capacité de production de telles installations connues, sans nécessiter le remplacement ou le doublement du deuxième évaporateur.

L'invention concerne dès lors un procédé pour la concentration de solutions aqueuses d'hydroxyde de métal alcalin, selon lequel on soumet la solution à une première étape d'évaporation par chauffage, puis à une deuxième étape d'évaporation par chauffage, sous une pression au moins égale à la pression atmosphérique et on utilise la vapeur d'eau produite à la deuxième étape d'évaporation pour le chauffage à la première étape d'évaporation; selon l'invention, entre la première étape d'évaporation et la deuxième étape d'évaporation, on soumet la solution à une évaporation

intermédiaire que l'on exécute par chauffage, sous une pression au moins égale à la pression atmosphérique et on utilise une partie au moins de la vapeur d'eau produite à l'évaporation intermédiaire pour le chauffage à la première étape d'évaporation.

5 Dans le procédé selon l'invention, la deuxième étape d'évaporation et l'évaporation intermédiaire sont exécutées à la même pression et les courants de vapeur d'eau qui y sont produits sont mélangés tels quels pour former le fluide caloporteur de la première étape d'évaporation. Ces deux évaporations peuvent être  
10 exécutées à toutes pressions égales ou supérieures à la pression atmosphérique, par exemple comprises entre 1 et 10 bar. Pour des raisons pratiques, on n'a pas intérêt à travailler à une pression supérieure à 2 bar. Le travail à pression atmosphérique est préféré.

15 La deuxième étape d'évaporation et l'évaporation intermédiaire peuvent être opérées par toutes techniques adéquates. Selon une forme d'exécution préférée du procédé selon l'invention, elles sont réalisées dans des évaporateurs à faisceaux tubulaires, dans lesquels on fait circuler la solution aqueuse à évaporer, à  
20 contre-courant d'un fluide caloporteur chaud. Dans cette forme d'exécution du procédé selon l'invention, les fluides caloporteurs sont avantageusement de la vapeur d'eau sous pression pour l'évaporation intermédiaire et un sel fondu ou un mélange de sels fondus pour la deuxième étape d'évaporation. La vapeur d'eau sous  
25 pression utilisée comme fluide caloporteur de l'évaporation intermédiaire peut être de la vapeur surchauffée ou de la vapeur saturée; on préfère mettre en oeuvre de la vapeur d'eau saturée, à une pression supérieure à 10 bar, généralement comprise entre 25 et 35 bar.

30 Dans le procédé selon l'invention, les courants de vapeur d'eau recueillis de la deuxième étape d'évaporation et de l'évaporation intermédiaire sont exploités comme fluide caloporteur à la première étape d'évaporation. Celle-ci est avantageusement réglée pour provoquer une condensation de la totalité de la  
35 vapeur d'eau du fluide caloporteur.

Le procédé selon l'invention s'applique à la concentration de toutes solutions aqueuses d'hydroxyde de métal alcalin, notamment des solutions aqueuses contenant au moins 45 % en poids d'hydroxyde de métal alcalin ou sensiblement saturées à température ambiante. Il s'applique spécialement à la concentration  
5 poussée de telles solutions aqueuses, jusqu'à obtenir une teneur pondérale en hydroxyde de métal alcalin supérieure à 95 %, voire voisine de 100 %, dans le but de cristalliser ultérieurement de l'hydroxyde de métal alcalin anhydre. A cet effet, dans une  
10 forme de réalisation particulière du procédé selon l'invention, on met en oeuvre une solution aqueuse à la température ambiante, dont la teneur pondérale en hydroxyde de métal alcalin est comprise entre 45 % et la saturation, et on règle la première étape d'évaporation, l'évaporation intermédiaire et la deuxième étape d'évaporation,  
15 pour que la solution aqueuse ait une teneur pondérale en hydroxyde de métal alcalin dissous,

- au moins égale à 55 %, de préférence comprise entre 60 et 80 % à l'issue de la première étape d'évaporation

- au moins égale à 65 % de préférence comprise entre 70 et  
20 80 % à l'issue de l'évaporation intermédiaire; et

- au moins égale à 95 %, de préférence à 98 %, à l'issue de la deuxième étape d'évaporation.

Le procédé selon l'invention trouve une application intéressante pour la concentration de solutions aqueuses d'hydroxyde de sodium jusqu'à une teneur pondérale en hydroxyde de sodium au  
25 moins égale à 98 %, dans le but de cristalliser ultérieurement de l'hydroxyde de sodium sensiblement anhydre.

L'invention concerne aussi une installation pour la concentration de solutions aqueuses d'hydroxyde de métal alcalin,  
30 mettant en oeuvre le procédé selon l'invention. Selon l'invention, l'installation comprend :

- un premier évaporateur, un deuxième évaporateur et un troisième évaporateur qui comprennent chacun, d'une part, une chambre présentant une ouverture d'admission et une ouverture de  
35 sortie pour un fluide caloporteur et, d'autre part, une chambre

présentant une ouverture pour l'admission d'une solution aqueuse diluée, une ouverture pour le soutirage d'une solution aqueuse concentrée et une ouverture pour le soutirage de vapeur d'eau;

- un four pour la fusion d'un sel métallique ou d'un mélange  
5 de sels métalliques;

- une chaudière pour la production de vapeur d'eau à une pression au moins égale à 10 bar, par exemple comprise entre 25 et 35 bar;

- des conduits pour la connexion

10 + du four à l'ouverture d'admission du fluide caloporteur du premier évaporateur;

+ de la chaudière à l'ouverture d'admission, du fluide caloporteur du deuxième évaporateur;

15 + des ouvertures de soutirage de la vapeur d'eau du premier évaporateur et du deuxième évaporateur à l'ouverture d'admission du fluide caloporteur du troisième évaporateur;

+ de l'ouverture de soutirage de la solution concentrée du troisième évaporateur à l'ouverture d'admission de la solution diluée du deuxième évaporateur;

20 + de l'ouverture de soutirage de la solution concentrée du deuxième évaporateur à l'ouverture d'admission de la solution diluée du premier évaporateur.

Dans l'installation selon l'invention, les évaporateurs sont conçus pour assurer une circulation de la solution aqueuse à  
25 concentrer et du fluide caloporteur, de part et d'autre d'une surface d'échange de chaleur. Ils peuvent avantageusement être du type à faisceaux tubulaires.

Des particularités et détails de l'invention ressortiront de la description suivante de la figure unique du dessin annexé, qui  
30 représente le schéma d'une forme de réalisation de l'installation selon l'invention.

L'installation représentée à la figure comprend trois évaporateurs 1, 2, 3, une chaudière 4 pour la production de vapeur d'eau sous pression d'environ 30 bar et un four 5 de fusion d'un  
35 mélange de sels fondus. Les trois évaporateurs 1, 2, 3 sont du

type à faisceaux tubulaires verticaux, montés en série sur le circuit de la solution aqueuse d'hydroxyde de métal alcalin, par l'intermédiaire de conduits 6, 7, 8, 9.

Les évaporateurs 2 et 3 sont conçus pour fonctionner à la pression atmosphérique et comportent des chambres 10 et 11 de séparation de la vapeur d'eau produite, qui sont reliées ensemble au circuit du fluide caloporteur de l'évaporateur 1, via des conduits 12, 13, 14.

L'évaporateur 3 est du type à film liquide tombant (John H. Perry - "Chemical Engineers' Handbook" - 4ème édition - 1963 - Mc Graw-Hill Book Company - pages 11-24 à 11-35 : Fig. 11-17 (h) et page 11-27 (dernier paragraphe)); des conduits 15 et 16 le relie au four à sels fondus 5.

L'évaporateur 2 est du type à film liquide montant (Ibidem : Fig. 11-17 (f et g) et page 11-27); il est relié à la chaudière 4 par un conduit 17 d'admission de vapeur d'eau sous pression.

Dans un mode d'exploitation particulier de l'installation, une solution aqueuse à environ 45 % en poids d'hydroxyde de sodium est introduite à la température ambiante, via le conduit 6, dans l'évaporateur 1, où elle subit une première étape d'évaporation pour la concentrer jusqu'à une teneur pondérale comprise entre 60 et 65 % d'hydroxyde de sodium. La solution recueillie de l'évaporateur 1 est envoyée par le conduit 7 dans l'évaporateur 2 où elle subit une évaporation intermédiaire, à la pression atmosphérique, par chauffage au moyen de la vapeur d'eau sous pression de 30 bar provenant de la chaudière 4. Dans la chambre de séparation 10, on recueille séparément, d'une part, via le conduit 8, une solution concentrée chaude, contenant entre 75 et 80 % en poids d'hydroxyde de sodium et, d'autre part, via le conduit 18, de la vapeur d'eau saturée, à la pression atmosphérique.

La solution d'hydroxyde de sodium recueillie de la chambre 10 est introduite dans l'évaporateur 3 où elle subit une étape ultérieure d'évaporation par chauffage au moyen des sels fondus en provenance du four 5. Dans la chambre de séparation 11, on

recueillie séparément, d'une part, via le conduit 9, une solution aqueuse contenant plus de 98 % en poids d'hydroxyde de sodium et, d'autre part, via le conduit 13, de la vapeur d'eau saturée, à la pression atmosphérique.

5 Les courants de vapeur d'eau 12 et 13, recueillis des chambres 10 et 11 sont réunis et envoyés ensemble, via le conduit 14, dans l'évaporateur 1, où ils servent de fluide caloporteur.

Dans une variante d'exécution, non représentée, de l'invention, la solution aqueuse concentrée d'hydroxyde de sodium 9 est  
10 transférée dans une chambre de détente sous vide, où elle est refroidie et concentrée par détente, de la manière décrite dans le brevet FR-A-2078055. On recueille de la sorte une solution aqueuse dont la teneur en hydroxyde de sodium est voisine de 100 % en poids.

RE V E N D I C A T I O N S

1 - Procédé pour la concentration de solutions aqueuses d'hydroxyde de métal alcalin, selon lequel on soumet la solution (6) à une première étape d'évaporation (1) par chauffage, puis à une  
5 deuxième étape d'évaporation (3) par chauffage, sous une pression au moins égale à la pression atmosphérique et on utilise la vapeur d'eau (13) produite à la deuxième étape d'évaporation (3) pour le chauffage à la première étape d'évaporation (1), caracté-  
10 risé en ce qu'entre la première étape d'évaporation (1) et la deuxième étape d'évaporation (3), on soumet la solution à une évaporation intermédiaire (2) que l'on exécute par chauffage, sous une pression au moins égale à la pression atmosphérique et on utilise une partie au moins de la vapeur d'eau (12) produite à l'évaporation intermédiaire (2), pour le chauffage à la première  
15 étape d'évaporation (1).

2 - Procédé selon la revendication 1, caractérisé en ce que  
la vapeur d'eau (12) produite à l'évaporation intermédiaire (2) et la vapeur d'eau (13) produite à la deuxième étape d'évaporation (3) sont mélangées avant d'être utilisées pour le chauffage  
20 de la première étape d'évaporation (1).

3 - Procédé selon la revendication 1 ou 2, caractérisé en ce qu'il est appliqué à la concentration de solutions aqueuses dont la teneur pondérale en hydroxyde de métal alcalin est comprise entre 45 % et la saturation à la température ambiante.

25 4 - Procédé selon la revendication 3, caractérisé en ce qu'on règle la première étape d'évaporation (1), l'évaporation intermédiaire (2) et la deuxième étape d'évaporation (3), pour que la solution aqueuse ait une teneur pondérale en hydroxyde de métal alcalin dissous, comprise entre 60 et 65 % à l'issue de la  
30 première étape d'évaporation, entre 70 et 80 % à l'issue de l'évaporation intermédiaire et au moins égale à 98 % à l'issue de la deuxième étape d'évaporation.

5 - Procédé selon l'une quelconque des revendications 1 à 4, caractérisé en ce qu'à l'évaporation intermédiaire (2) et à la deuxième étape d'évaporation (3), on fait circuler la solution aqueuse (7, 8) à contre-courant d'un fluide caloporteur chaud  
5 (17, 15).

6 - Procédé selon la revendication 5, caractérisé en ce qu'on met en oeuvre de la vapeur d'eau saturée, à une pression comprise entre 25 et 35 bar pour le fluide caloporteur (17) de l'évaporation intermédiaire (2) et un sel fondu ou un mélange de  
10 sels fondus pour le fluide caloporteur (15) de la deuxième étape d'évaporation (3).

7 - Procédé selon l'une quelconque des revendications 3 à 6, caractérisé en ce qu'il est appliqué à la concentration de solutions aqueuses d'hydroxyde de sodium jusqu'à une teneur pondérale  
15 en hydroxyde de sodium au moins égale à 98 %.

8 - Installation pour la concentration de solutions aqueuses concentrées d'hydroxyde de métal alcalin, comprenant :

- un premier évaporateur (3), un deuxième évaporateur (2) et un troisième évaporateur (1) qui comprennent chacun, d'une  
20 part, une chambre présentant une ouverture d'admission et une ouverture de sortie pour un fluide caloporteur et, d'autre part, une chambre présentant une ouverture pour l'admission d'une solution aqueuse diluée, une ouverture pour le soutirage d'une solution aqueuse concentrée et une  
25 ouverture pour le soutirage de vapeur d'eau;
- un four (5) pour la fusion d'un sel métallique ou d'un mélange de sels métalliques;
- une chaudière (4) pour la production de vapeur d'eau à une pression comprise entre 25 et 35 bar;
- 30 - des conduits pour la connexion
  - + du four (5) à l'ouverture d'admission du fluide caloporteur (15) du premier évaporateur (3);

+ de la chaudière (4) à l'ouverture d'admission du fluide caloporteur (17) du deuxième évaporateur (2);

+ des ouvertures de soutirage de la vapeur d'eau (13, 12) du premier évaporateur (3) et du deuxième évaporateur (2) à l'ouverture d'admission du fluide caloporteur (14) du troisième évaporateur (1);

+ de l'ouverture de soutirage de la solution concentrée (7) du troisième évaporateur (1) à l'ouverture d'admission de la solution diluée du deuxième évaporateur (2);

10 + de l'ouverture de soutirage de la solution concentrée (8) du deuxième évaporateur (2) à l'ouverture d'admission de la solution diluée du premier évaporateur (3).

9 - Installation selon la revendication 8, caractérisée en ce que le premier évaporateur (3) est du type à faisceau tubulaire à film liquide tombant et le deuxième évaporateur (2) est du type à faisceau tubulaire à film liquide montant.

10 - Installation selon la revendication 8 ou 9, pour la production de solutions aqueuses contenant plus de 98 % en poids d'hydroxyde de sodium dissous, à partir de solutions aqueuses ayant une teneur pondérale en hydroxyde de sodium comprise entre 20 45 % et la saturation à la température ambiante.

