

19 RÉPUBLIQUE FRANÇAISE  
INSTITUT NATIONAL  
DE LA PROPRIÉTÉ INDUSTRIELLE  
PARIS

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

2 584 943

21 N° d'enregistrement national :

86 02802

51 Int Cl<sup>4</sup> : B 01 D 45/04; C 07 D 307/89.

12

## DEMANDE DE BREVET D'INVENTION

A1

22 Date de dépôt : 28 février 1986.

30 Priorité : CS, 16 juillet 1985, n° PV 5276-85.

43 Date de la mise à disposition du public de la demande : BOPI « Brevets » n° 4 du 23 janvier 1987.

60 Références à d'autres documents nationaux apparentés :

71 Demandeur(s) : *CESKOSLOVENSKA AKADEMIE VED, Institution d'Etat. — CS.*

72 Inventeur(s) : Jaroslav Vítovec, Jan Čermák et Jiri Smolík.

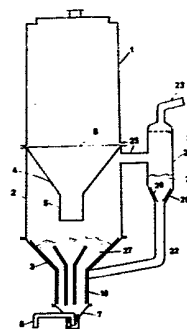
73 Titulaire(s) :

74 Mandataire(s) : Cabinet Bonnet-Thirion, G. Foldés.

54 Procédé et appareil pour la séparation de solides d'avec des mélanges gazeux.

57 L'invention propose un procédé et un appareil de séparation de solides d'avec des mélanges gazeux, notamment pour la séparation d'acide phtalique après sa désublimation d'avec des mélanges de vapeur de corps sublimables, de vapeur d'eau, d'air ou de gaz inertes, obtenus lors de l'épuration par sublimation ou de la fabrication catalytique d'anhydride phtalique par oxydation par de l'air de naphthalène ou d'orthoxyliène.

Les flocons d'anhydride phtalique, obtenus après diminution de la température dans le désublimateur, sont agglomérés et rendus compacts du fait d'une augmentation de vitesse subie par le mélange gazeux dans une section resserrée du séparateur. Les agglomérats formés sont séparés du mélange gazeux et recueillis dans un puits récepteur. A partir du puits les agglomérats sont transportés par un convoyeur ou sont fondus en continu. Le liquide résultant est évacué à travers un siphon. Le reste, de 1 à 5 %, de l'anhydride phtalique est séparé du mélange gazeux dans un filtre en treillis métallique et pénètre par fusion progressive dans un puits récepteur.



FR 2 584 943 - A1

L'invention a trait à un procédé et à un appareil pour la séparation de solides d'avec des mélanges gazeux et notamment pour la séparation d'anhydride phtalique, après sa désublimation, d'avec le mélange comportant des vapeurs de corps  
5 sublimables, de la vapeur d'eau, de l'air ou des inertes, obtenu lors de l'épuration par sublimation ou pendant la fabrication d'anhydride phtalique par oxydation catalytique de naphthalène ou d'orthoxylène par de l'air.

Dans le brevet CS 229 768 sont décrits un procédé ainsi  
10 qu'un appareil pour la séparation d'anhydride phtalique d'avec des mélanges vapeurs-gaz formés lors de l'oxydation de naphthalène ou d'orthoxylène par de l'air. On ramène les mélanges de l'intervalle de température de 130 à 250° à celui de 50 à 100°C par évaporation d'eau pulvérisée au sein des  
15 mélanges par des ajutages dans la chambre de désublimation. Les débouchés des ajutages sont protégés du contact avec le mélange vapeurs-gaz refroidi par balayage par de l'air porté à la température du mélange d'entrée.

On évite ainsi la condensation de vapeurs de solides sur  
20 les débouchés des ajutages. Simultanément de l'air s'infiltré, à travers des parois perméables aux gaz, dans la chambre de désublimateur. La température de l'air est voisine de celle du mélange gazeux arrivant et elle revient ultérieurement à une valeur inférieure à la température du mélange quittant  
25 le désublimateur. La vitesse de l'air au niveau de l'entrée de mélange gazeux est de 10 à 1 cm/s selon la concentration en anhydride phtalique du mélange et elle diminue graduellement jusqu'à 1 à 0,2 cm/s. La vitesse du mélange vapeurs-gaz chargé de produits solides désublimes présent dans la sortie  
30 de l'espace de désublimation est de 0,15 à 1 m/s.

L'avantage du procédé réside en ce qu'on désublime en masse des mélanges sans qu'ils se déposent sur les parois, qu'on n'a donc pas à débarrasser d'une couche de solides, et en ce que le débit de l'appareil de désublimation est plu-  
35 sieurs fois supérieur.

Les mélanges vapeurs-gaz qui se forment pendant la fabrication d'acide phtalique contiennent, toutefois, des corps goudronneux qui adhèrent, lors de la séparation du produit, aux matériaux de filtration, qu'il faut donc nettoyer péri-

diquement.

En outre, l'anhydride phtalique se désublime sous la forme de flocons difficile à transporter hors de l'appareil. Les matériels de filtration sont par conséquent compliqués et le risque d'explosion est grand lors de la séparation et du transport.

On remédie à ces inconvénients grâce à un nouveau mode continu de séparation de solides, notamment d'anhydride phtalique, d'avec un mélange vapeurs-gaz et à un nouveau mode de transport hors du séparateur.

Le principe du procédé selon l'invention réside dans une accélération imprimée au mélange s'écoulant dans la sortie de l'espace de désublimation jusqu'à une vitesse de 0,6 à 25 m/s et ensuite dans sa décélération jusqu'à une vitesse de 0,15 à 1 m/s avec séparation simultanée de 95 à 99% de l'anhydride phtalique solide présent dans le mélange. Il est avantageux de fondre en continu l'anhydride phtalique formé à des températures augmentant progressivement de 120 à 180°C. On peut ensuite séparer du mélange par filtration le reste de l'anhydride phtalique non séparé et fondre en continu l'anhydride phtalique séparé à une température augmentant progressivement de 120 à 180°C.

L'appareil de séparation de corps solides d'avec des mélanges gazeux, notamment de séparation d'anhydride phtalique suivant le procédé décrit ci-dessus, est composé d'un corps de séparateur dans la partie supérieure duquel est placé un récipient de forme conique. La grande base de celui-ci constitue une entrée et sa petite base est munie d'un conduit de sortie, qui constitue la voie d'accès au puits de décantation. Le puits est situé dans la partie inférieure du corps de séparateur et un dispositif de sortie lui est relié. L'entrée du séparateur peut être directement reliée à la sortie d'un désublimateur et le rapport entre la section de la sortie du désublimateur et la section du conduit de sortie du récipient conique est de 4 à 25. Le récepteur de sortie du séparateur peut être muni d'un dispositif chauffant et il est avantageux de monter dans la partie supérieure du corps de séparateur un dispositif de filtration, à filtre à treillis métallique, qui présente une sortie de mélange gazeux et dont la sortie est

reliée au puits récepteur du séparateur.

Les effets du procédé résident dans l'agglomération et le tassement de flocons d'anhydride phtalique, dus à la vitesse accrue, ainsi que dans la séparation aisée des agglomérats de flocons formés grâce à la diminution de vitesse ultérieure. De cette manière on sépare 95 à 99% d'anhydride phtalique solide, qu'on peut ensuite fondre en maintenant dans la zone d'entrée une température de 120 à 160°C et dans la zone de sortie une température de 140 à 180°C. Ceci simplifie considérablement le transport d'anhydride phtalique à partir du désublimateur, diminue les frais de transport et de matériel et réduit sensiblement le risque d'explosion existant lors du transport d'anhydride phtalique pulvérulent. Le reste, de 1 à 5%, d'anhydride phtalique entraîné par le mélange gazeux est filtré et fondu en continu avec les mêmes avantages. Lors de la fusion du reste d'anhydride phtalique, il n'y a pas entraînement d'anhydride phtalique à l'intérieur du filtre. Il y a seulement formation de longs cristaux aciculaires à partir des vapeurs de celui-ci strippées par le mélange gazeux.

L'appareil pour la mise en oeuvre du procédé sus-indiqué peut faire partie d'un désublimateur ou être réalisé sous forme de séparateur indépendant relié à la sortie du désublimateur. L'augmentation de la vitesse du mélange est obtenue par écoulement à travers un récipient conique dont le goulet resserré constitue la voie d'accès à un puits récepteur, d'une section correspondant à la sortie du désublimateur. On assure ainsi les variations de vitesse voulues et, avec ce montage, on sépare à 99% l'anhydride phtalique solide. Avantageusement, on utilise comme filtre supplémentaire un treillis métallique à ouvertures de 1 à 5 mm, dans lequel sont captés le reste des flocons de l'anhydride phtalique strippé.

Dans les exemples suivants sont décrites plusieurs réalisations concrètes de l'invention incluant l'appareil représenté sur la figure unique du dessin annexé.

#### Exemple 1

Dans un sublimateur à couche fluidisée on a sublimé de l'anhydride phtalique à raison de 4 kg/h avec 10 m<sup>3</sup>/h d'air (à 20°C), ce qui correspondait à une vitesse du mélange de

0,15 m/s à 200°C. Le mélange vapeurs-gaz formé, comportant environ 6% (en volume) d'anhydride phtalique dans de l'air a été refroidi à 70°C dans un désublimateur (de 200 mm de diamètre intérieur) par pulvérisation d'eau. Le mélange gazeux chargé de flocons d'anhydride phtalique solide a encore traversé un récipient situé à l'intérieur du désublimateur, qui se resserrait en tronc de cône jusqu'à un diamètre intérieur de 100 mm et, après traversée d'un tube de même diamètre intérieur et de 400 mm de long, a pénétré dans la partie inférieure du désublimateur à diamètre intérieur d'origine de 200 mm. Dans le puits récepteur relié, on a séparé 3,4 kg/h d'anhydride phtalique solide. Dans le filtre supplémentaire, en treillis métallique à ouvertures de 5 mm, on a capté 0,55 kg/h d'anhydride phtalique. La somme des quantités d'anhydride phtalique isolé représentait 3,95 kg/h, soit un rendement de 98,8%.

#### Exemple 2

Un mélange vapeur-gaz contenant 1% d'anhydride phtalique dans de l'air ( $66 \text{ g/m}^3$ ) à 170°C et à débit de  $300 \text{ m}^3/\text{h}$  (à 20°C), ce qui correspond à une vitesse d'écoulement du mélange de  $0,43 \text{ m}^3/\text{s}$  (à 170°C), a été ramené à 70°C dans un désublimateur par pulvérisation d'eau. Le mélange gazeux chargé d'anhydride phtalique solide a traversé le récipient incorporé au séparateur. Le récipient se resserrait jusqu'à un diamètre de 60 mm et, après franchissement d'un tube de même diamètre et de 400 mm de long, le mélange a pénétré dans la partie inférieure du séparateur. Dans le puits de réception raccordé à celui-ci, on a capté en moyenne 1,93 kg d'anhydride phtalique par heure. Dans le filtre, à ouvertures de 5 mm, on en a capté 0,04 kg/h. Au total, on a séparé 1,97 kg/h d'anhydride phtalique, soit un rendement de 99,5%.

#### Exemple 3

Un mélange vapeurs-gaz à 1% d'anhydride phtalique dans de l'air à 170°C à un débit de  $70 \text{ m}^3/\text{h}$  (à 20°C), ce qui correspond à une vitesse d'écoulement de 1,0 m/s (à 170°C), a été ramené à 60°C dans un désublimateur par pulvérisation d'eau. Après traversée d'un récipient resserré de 72 mm de diamètre intérieur et de 500 mm de long, l'anhydride phtalique solide séparé a été fondu en continu dans un récepteur, porté

à 125°C dans sa partie supérieure et à 150°C dans sa partie inférieure. L'anhydride phtalique en fusion a été prélevé en continu par siphon à raison en moyenne de 4,6 kg/h. Dans le filtre supplémentaire à ouvertures de 1 mm on n'a pas observé  
5 d'entraînement. Sur les parois on a seulement observé une mince couche et, dans le filtre, des cristaux aciculaires d'anhydride phtalique.

#### Exemple 4

Dans le même désublimateur que dans les exemples 1 et 2,  
10 on a refroidi un mélange dans les mêmes conditions que dans l'exemple 2. Le mélange provenait de la fabrication d'anhydride phtalique par oxydation d'orthoxyène et contenait de l'anhydride phtalique, 5% d'anhydride maléinique et 2% d'acide phtalique. L'anhydride phtalique désublimé contenait 0,06% d'  
15 anhydride maléinique, 0,08% d'acide maléinique et 0,1% d'acide phtalique.

#### Exemple 5

L'un des appareils permettant la mise en oeuvre de l'invention est représenté sur la figure. L'appareil est composé  
20 d'un corps de séparateur 2 relié à la sortie d'un désublimateur 1. Une partie du séparateur 2 constitue un récipient conique 4, un puits récepteur 3 et un dispositif de sortie 8. Au corps de séparateur peut être raccordé un matériel de filtration 20.

25 Dans la partie supérieure du séparateur 2 est placé le récipient conique, qui est relié par sa grande base à la sortie 6 du désublimateur 1 et dont la petite base est munie d'un conduit de sortie 5 qui constitue la voie d'accès au puits récepteur 3. Le diamètre du conduit de sortie 5 du récipient  
30 conique 4 représente 1/2 à 1/5 du diamètre du conduit de sortie 6 du désublimateur 1. Le puits 3 comporte des zones conique et cylindrique et dans sa partie inférieure 7 est inséré le dispositif de sortie 8, par exemple formé d'un siphon aspirant, comme représenté sur la figure, ou d'un transpor-  
35 teur à vis ou autre structure appropriée. Le puits 3 est muni d'éléments chauffants 18 sur la majeure partie de sa longueur. Le matériel de filtration 20 est relié à l'espace annulaire du séparateur 2 par un tube 25. Dans la partie supérieure de ce matériel sont disposés des filtres 24 en treillis métalli-

que. Dans la partie inférieure est prévu un puits 21 ayant la même structure que celui du séparateur 2 et également muni d'éléments chauffants 26. Le matériel de filtration 20 présente dans sa partie supérieure un conduit de sortie de gaz 23 et dans sa partie inférieure une sortie 22, reliée au puits 3 du séparateur 2.

L'appareil fonctionne comme suit : le mélange gazeux chargé de naphthalène solide ou d'anhydride phtalique en flocons quitte le conduit de sortie du désublimateur à une vitesse de 0,15 à 1 m/s. Du fait de l'amenuisement de la section du récipient conique, l'écoulement du mélange se trouve accéléré. Du fait de la vitesse accrue, de 0,6 à 25 m/s, les flocons forment des agglomérats et deviennent plus compacts. Après avoir quitté le conduit de sortie, ils se séparent facilement du mélange gazeux et tombent dans le puits 3, où ils s'accumulent en tant que produit 27. Le choix du rapport entre les sections du conduit de sortie 6 du désublimateur 1 et du conduit de sortie 5 du récipient conique 4 dépend de l'angle de talus des agglomérats de flocons d'anhydride phtalique.

Dans le puits 3, le produit 27 est progressivement fondu par la chaleur à 140-180°C. L'anhydride phtalique en fusion est évacué de la partie inférieure 7 du puits 3 par le dispositif de sortie 8 et va subir de nouveaux traitements.

Le reste du mélange gazeux passe de l'espace supérieur du séparateur 2 dans le dispositif de filtration 20, où une quantité de 1 à 5% du total d'anhydride phtalique présent dans le mélange est séparée sur des filtres en treillis métallique.

Le produit séparé 28 est fondu dans le puits 21 du dispositif filtrant 20 de la même manière qu'il l'est dans le séparateur 2 et le liquide résultant pénètre dans le puits du séparateur 2.

La température superficielle du dispositif chauffant 18 du puits 3 est maintenue, près de l'entrée du puits, aussi faible que possible pour éviter la sublimation d'anhydride phtalique. Dans la plupart des cas, la température de 140 à 180°C est suffisante. Ceci simplifie nettement le transport

de l'anhydride phtalique à partir du désublimateur 1 et réduit les frais de transport et de matériel tout en réduisant sensiblement les risques d'explosion liés au transport d'anhydride phtalique pulvérulent.

REVENDICATIONS

1. Procédé de séparation d'anhydride phtalique d'avec un mélange obtenu après désublimation de vapeurs d'anhydride phtalique dans un désublimateur à parois perméables au gaz, où le mélange présent dans la sortie de l'espace de désublimation contient de l'anhydride phtalique solide sous forme de flocons et s'écoule à une vitesse de 0,15 à 1 m/s, caractérisé en ce qu'on accélère l'écoulement du mélange provenant de l'espace de désublimation jusqu'à une vitesse de 0,6 à 25 m/s et on le décélère ensuite jusqu'à 0,15 à 1 m/s, ce qui assure une séparation simultanée de 95 à 99% de l'anhydride phtalique d'avec le mélange.

2. Procédé selon la revendication 1, caractérisé en ce qu'on fond continuellement l'anhydride phtalique séparé en portant progressivement la température depuis l'intervalle de 120 à 160°C jusqu'à celui de 140 à 180°C.

3. Procédé selon les revendications 1 et 2, caractérisé en ce qu'on sépare du mélange par filtration le reste, de 1 à 5%, de l'anhydride phtalique non séparé et on le fond en continu à une température augmentant progressivement de 120 à 160°C.

4. Appareil de séparation de particules solides d'avec des mélanges gazeux, notamment pour la séparation d'anhydride phtalique d'avec le mélange obtenu après désublimation de vapeurs d'anhydride phtalique dans un désublimateur, caractérisé en ce qu'il comprend un séparateur (2), dans la partie supérieure duquel est placé un récipient conique (4) dont la grande base constitue la sortie du séparateur et dont la petite base est munie d'un conduit de sortie (5) qui communique avec un puits (3), situé dans la partie inférieure du corps de séparateur (2) et auquel est relié un dispositif de sortie (8).

5. Appareil selon la revendication 4, caractérisé en ce que le conduit d'entrée du récipient conique (4) est relié à la sortie (6) du désublimateur (1) et en ce que le rapport des sections de la sortie du désublimateur (6) et du conduit d'entrée (5) du récipient conique (4) est de 4 à 25.

6. Appareil selon la revendication 4 ou 5, caractérisé en ce que le puits (3) est muni d'un dispositif chauffant (18).

7. Appareil selon les revendications 4 à 6, caractérisé en ce que le dispositif filtrant (20), à filtres en treillis métallique, est relié à la partie supérieure du corps de sé-  
5 de mélange gazeux (23) et un puits (21), dont la sortie est  
parateur (2) et en ce que ce matériel présente une sortie  
reliée au puis (3) du séparateur (2).

