

(12) DEMANDE INTERNATIONALE PUBLIÉE EN VERTU DU TRAITÉ DE COOPÉRATION EN MATIÈRE DE BREVETS (PCT)

(19) Organisation Mondiale de la
Propriété Intellectuelle
Bureau international



(43) Date de la publication internationale
17 septembre 2015 (17.09.2015)

WIPO | PCT

(10) Numéro de publication internationale
WO 2015/135921 A1

(51) Classification internationale des brevets :
B01D 53/14 (2006.01) **B01D 53/18** (2006.01)

(21) Numéro de la demande internationale :

PCT/EP2015/054926

(22) Date de dépôt international :

10 mars 2015 (10.03.2015)

(25) Langue de dépôt :

français

(26) Langue de publication :

français

(30) Données relatives à la priorité :

1451934

10 mars 2014 (10.03.2014)

FR

(71) Déposants : **ARIA-ENERGIE DEVELOPPEMENT ENVIRONNEMENT** [FR/FR]; 50-58 chemin de baluffet, zone artisanale de baluffet, bâtiment N, F-31300 Toulouse (FR). **INSTITUT NATIONAL DE LA RECHERCHE AGRONOMIQUE** [FR/FR]; 147 rue de l'Université, F-75007 Paris Cedex 07 (FR). **INST NATIONAL DES SCIENCES APPLIQUEES DE TOULOUSE** [FR/FR]; 135 avenue de Rangueil, F-31400 Toulouse (FR).

CENTRE NATIONAL DE LA RECHERCHE SCIENTIFIQUE [FR/FR]; 3 rue Michel Ange, F-75016 Paris (FR).

(72) Inventeurs : **HEBRARD, Gilles**; 30, Chemin Jaqui, F-31320 Pechabou (FR). **BENIZRI, David**; 10, Rue de France, F-31520 Ramonville Saint Agne (FR). **LABEYRIE, Pierre**; 24, Rue Daydé, F-31200 Toulouse (FR). **DIETRICH, Nicolas**; 8, Rue Palaprot, F-31000 Toulouse (FR).

(74) Mandataire : **FOURCADE, Emmanuelle**; Schmit-Chretien, Bât A - 1er Etage, 6, Impasse Michel Labrousse, F-31100 Toulouse (FR).

(81) États désignés (*sauf indication contraire, pour tout titre de protection nationale disponible*) : AE, AG, AL, AM, AO, AT, AU, AZ, BA, BB, BG, BH, BN, BR, BW, BY, BZ, CA, CH, CL, CN, CO, CR, CU, CZ, DE, DK, DM, DO, DZ, EC, EE, EG, ES, FI, GB, GD, GE, GH, GM, GT, HN, HR, HU, ID, IL, IN, IR, IS, JP, KE, KG, KN, KP, KR, KZ, LA, LC, LK, LR, LS, LU, LY, MA, MD, ME, MG, MK, MN, MW, MX, MY, MZ, NA, NG, NI, NO, NZ, OM,

[Suite sur la page suivante]

(54) Title : DEVICE FOR SEPARATING GAS COMPONENTS CONTAINED IN A GAS MIXTURE, AND USE THEREOF FOR SEPARATING METHANE AND CARBON DIOXIDE FROM A BIOGAS

(54) Titre : DISPOSITIF DE SÉPARATION DE CONSTITUANTS GAZEUX CONTENUS DANS UN MÉLANGE GAZEUX, ET SON UTILISATION POUR LA SÉPARATION DE MÉTHANE ET DE DIOXYDE DE CARBONE D'UN BIOGAZ

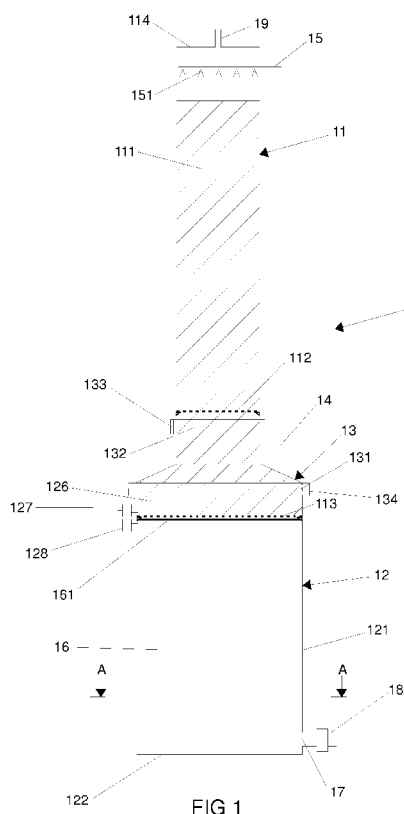


FIG 1

(57) Abstract : The invention relates to a device for separating a first gas component and a second gas component which are contained in a gas mixture, comprising: a liquid/gas absorption separation column (10), comprising a lower tank (12) and an upper separation area (11); means for placing the gas mixture in contact, with a liquid solution capable of selectively absorbing the second gas component, via counter-flow circulation in the separation area (11); and means (19) for recovering the first gas component, separate from the second gas component. The tank (12) stores a volume (16) of absorbing solution. The transverse cross-sectional surface of the tank (12) of the absorption column (10) is no lower than twice the transverse cross-sectional surface of the separation area (11) of the absorption column (10).

(57) Abrégé : L'invention concerne un dispositif de séparation d'un premier constituant gazeux et d'un deuxième constituant gazeux contenus dans un mélange gazeux, comportant une colonne de séparation par absorption liquide-gaz (10), comportant un réservoir inférieur (12), et une zone de séparation supérieure (11), des moyens de mise en contact par circulation à contre-courant dans la zone de séparation (11) du mélange gazeux et d'une solution liquide apte à absorber sélectivement le deuxième constituant gazeux, et des moyens (19) de récupération du premier constituant gazeux séparé du deuxième constituant gazeux. Le réservoir

[Suite sur la page suivante]



PA, PE, PG, PH, PL, PT, QA, RO, RS, RU, RW, SA, SC, SD, SE, SG, SK, SL, SM, ST, SV, SY, TH, TJ, TM, TN, TR, TT, TZ, UA, UG, US, UZ, VC, VN, ZA, ZM, ZW.

DK, EE, ES, FI, FR, GB, GR, HR, HU, IE, IS, IT, LT, LU, LV, MC, MK, MT, NL, NO, PL, PT, RO, RS, SE, SI, SK, SM, TR), OAPI (BF, BJ, CF, CG, CI, CM, GA, GN, GQ, GW, KM, ML, MR, NE, SN, TD, TG).

(84) États désignés (*sauf indication contraire, pour tout titre de protection régionale disponible*) : ARIPO (BW, GH, GM, KE, LR, LS, MW, MZ, NA, RW, SD, SL, ST, SZ, TZ, UG, ZM, ZW), eurasién (AM, AZ, BY, KG, KZ, RU, TJ, TM), européen (AL, AT, BE, BG, CH, CY, CZ, DE,

Publiée :

— avec rapport de recherche internationale (Art. 21(3))

(12) stocke un volume (16) de solution absorbante. La surface en section transversale du réservoir (12) de la colonne d'absorption (10) est supérieure ou égale à deux fois la surface en section transversale de la zone de séparation (11) de la colonne d'absorption (10).

**DISPOSITIF DE SÉPARATION DE CONSTITUANTS GAZEUX CONTENUS DANS
UN MÉLANGE GAZEUX, ET SON UTILISATION POUR LA SÉPARATION DE
MÉTHANE ET DE DIOXYDE DE CARBONE D'UN BIOGAZ**

La présente invention s'inscrit dans le domaine de la séparation de constituants gazeux d'un mélange gazeux les comprenant. Plus particulièrement, elle concerne un dispositif pour la séparation d'un premier constituant gazeux et d'un deuxième constituant gazeux contenus dans un
5 mélange gazeux, ainsi que l'utilisation d'un tel dispositif pour une telle séparation.

Une application pour laquelle le dispositif selon l'invention s'avère particulièrement avantageux, et qui sera décrite de manière détaillée dans la suite de la présente description, est la séparation de méthane et de dioxyde de
10 carbone contenus dans un biogaz. Le dispositif selon l'invention s'applique toutefois également, de manière similaire, à la séparation de constituants gazeux contenus dans tout autre type de mélange gazeux, par exemple à la séparation de dioxyde de carbone et d'autres constituants d'un gaz de synthèse, d'un mélange d'hydrocarbures, etc.

15 Dans le contexte actuel de transition énergétique, le développement de techniques respectueuses de l'environnement pour produire de l'énergie revêt une grande importance. La méthanisation est une de ces techniques. Il s'agit d'un procédé naturel de dégradation, sous conditions anaérobie, de biomasse source de carbone, pour produire un gaz combustible, appelé
20 biogaz, composé principalement de méthane (pour environ 54 %) et de dioxyde de carbone (pour environ 43 %), ainsi que d'un léger pourcentage de diazote et d'eau sous forme de vapeur et, le cas échéant, de faibles quantités de gaz soufrés. Des systèmes de méthanisation sont notamment installés de plus en plus fréquemment dans les exploitations agricoles, pour la valorisation des
25 déchets biologiques d'origine végétale ou animale qui y sont produits.

De nombreuses solutions ont été proposées par l'art antérieur pour valoriser le biogaz brut produit par les systèmes de méthanisation, notamment

pour le purifier de sorte à obtenir un gaz à haute teneur en méthane. Une telle purification implique la séparation du méthane et du dioxyde de carbone contenus dans le biogaz. Parmi les techniques proposées par l'art antérieur à cet effet, une technique particulière consiste à laver le biogaz sous haute
5 pression avec une solution aqueuse liquide, dite solution absorbante, apte à absorber spécifiquement le dioxyde de carbone contenu dans le biogaz. Cette technique tire avantage des différences de propriétés de dissolution dans l'eau du méthane et du dioxyde de carbone, la constante de dissolution dans l'eau du dioxyde de carbone étant largement supérieure à celle du méthane. Cette
10 caractéristique est décrite par la thermodynamique grâce à la constante de Henry, décrivant l'équilibre entre une phase liquide et une phase gazeuse à des conditions de température et de pression données.

Un exemple de dispositif permettant de réaliser une telle séparation par absorption est notamment décrit dans le brevet FR-A-2 972 643. Un tel
15 dispositif comporte une colonne remplie de garnissage, dans laquelle est maintenue une pression élevée, et dans laquelle le biogaz produit par méthanisation est forcé à circuler en contre-courant d'une solution spécifiquement absorbante du dioxyde de carbone. Cette solution absorbante, généralement de l'eau, traverse la colonne du haut vers le bas, en ruisselant.
20 Du fait de leurs différences de propriétés, le dioxyde de carbone est transféré dans l'eau, qui constitue la phase liquide, et le méthane reste dans la phase gazeuse. Il est récupéré en haut de colonne, pour être valorisé. Le dioxyde de carbone est quant à lui extrait de l'eau, et peut également être utilisé en agriculture ou dans l'industrie chimique par exemple.

25 La présente invention vise à améliorer un tel dispositif, de sorte à améliorer le rendement de séparation du méthane et du dioxyde de carbone à partir d'un effluent gazeux les contenant, notamment d'un biogaz produit par la fermentation de biomasse, et à obtenir ainsi du méthane avec un degré de pureté supérieur à celui obtenu au moyen des dispositifs de l'art antérieur, qui
30 puisse notamment être injecté dans le réseau de distribution de gaz naturel. L'invention vise en particulier à ce qu'un tel dispositif permette d'obtenir un

rendement de séparation tel que le méthane d'une part, et le dioxyde de carbone d'autre part, puissent être récupérés avec des degrés de pureté respectifs supérieurs ou égaux à 96 %. Des degrés de pureté aussi élevés permettent notamment la valorisation du méthane ainsi purifié en tant que gaz naturel, en tant que gaz carburant d'automobile, pour moteurs de cogénération conventionnels, etc., et la valorisation du dioxyde de carbone récupéré à des fins industrielles, par exemple en agriculture, production d'algue ou industrie chimique.

Plus généralement, la présente invention vise à proposer un dispositif permettant de séparer, avec un haut rendement de séparation, un premier constituant gazeux et un deuxième constituant gazeux contenus dans un mélange gazeux.

Des objectifs supplémentaires de la présente invention sont que ce dispositif soit peu coûteux à fabriquer, simple d'utilisation et de maintenance, qu'il puisse être installé sur les sites mêmes où sont implantés les systèmes de méthanisation, et qu'il soit apte à traiter en continu un flux de mélange gazeux issu de tels systèmes.

A cet effet, il est proposé par la présente invention un dispositif de séparation d'un premier constituant gazeux et d'un deuxième constituant gazeux contenus dans un mélange gazeux, notamment de méthane et de dioxyde de carbone contenus dans un mélange gazeux, tel qu'un biogaz, dont ils sont les composants principaux. Par composants principaux, on entend ici que le mélange gazeux ne comporte pas d'autre constituant dans une quantité supérieure ou égale à 10 %.

Le dispositif selon l'invention comporte :

- une colonne de séparation par absorption liquide-gaz, dite colonne d'absorption, comportant une partie inférieure, dite réservoir, et une partie supérieure, dite zone de séparation,
- des moyens de mise en contact dans la zone de séparation de la colonne d'absorption, par circulation à contre-courant, et préférentiellement à

haute pression, du mélange gazeux et d'une solution liquide apte à absorber sélectivement le deuxième constituant gazeux, dite solution absorbante,

- le réservoir de la colonne étant destiné à recevoir et stocker un volume de solution absorbante dans laquelle est dissous le deuxième constituant gazeux, et comportant un orifice de sortie, hors du réservoir, de la solution absorbante dans laquelle est dissous le deuxième constituant gazeux,
- et des moyens de récupération du premier constituant gazeux séparé du deuxième constituant gazeux, notamment en partie supérieure de la zone de séparation.

Par absorber sélectivement, on entend dans la présente description que la solution absorbante absorbe davantage le deuxième constituant gazeux que les autres constituants du mélange gazeux. Ainsi, la concentration en deuxième constituant gazeux dans le mélange gazeux diminue progressivement, par passage de ce deuxième constituant gazeux dans la solution absorbante, au fur et à mesure que le mélange gazeux s'élève dans la zone de séparation de la colonne d'absorption.

Le réservoir de la colonne d'absorption est en outre dimensionné de telle sorte que sa surface en section transversale soit suffisamment importante pour que, lorsque le réservoir contient un volume de solution absorbante, la vitesse descendante de la solution absorbante, dans ce volume de solution absorbante, soit inférieure à la vitesse ascensionnelle du mélange gazeux, plus particulièrement de bulles du mélange gazeux, dans ce même volume de solution absorbante. Plus précisément, le réservoir de la colonne d'absorption est dimensionné de telle sorte que sa surface en section transversale est supérieure ou égale à deux fois la surface en section transversale de la zone de séparation de la colonne d'absorption.

Il a été constaté par les présents inventeurs qu'un tel dimensionnement du réservoir, par rapport à la zone de séparation de la colonne d'absorption, dont le dimensionnement est quant à lui dicté notamment par les caractéristiques du mélange gazeux dont les constituants doivent être

séparés, en particulier sa nature et son débit à traiter, permet, quelles que soient ces caractéristiques du mélange gazeux, d'assurer que, lorsque le réservoir contient un volume de solution absorbante, la vitesse descendante de la solution absorbante provenant de la zone de séparation, dans ce volume de solution absorbante, soit inférieure à la vitesse ascensionnelle de bulles du mélange gazeux dans ce même volume de solution absorbante.

Le réservoir de la colonne d'absorption a pour fonction principale, de manière classique en elle-même, de recevoir et stocker la solution absorbante qui s'est chargée en deuxième constituant gazeux. Cette solution absorbante qui y est contenue sera désignée par commodité, dans la suite de la présente description, par les termes de « bouchon liquide ». En conditions normales d'opération du dispositif, son volume est fixé, par des calculs du ressort de l'homme du métier, de sorte à être suffisant pour diriger le mélange gazeux introduit dans la colonne d'absorption en direction de la zone de séparation, et à limiter ainsi les fuites de mélange gazeux au niveau de l'orifice de sortie, hors du réservoir, de la solution absorbante chargée en deuxième constituant gazeux.

Les présents inventeurs ont identifié que quel que soit le volume du bouchon liquide, il se produisait toujours, dans les dispositifs de l'art antérieur, dans lesquels la surface en section transversale du réservoir est typiquement sensiblement égale à la surface en section transversale de la zone de séparation de la colonne d'absorption, une fuite de mélange gazeux, contenant non seulement le deuxième constituant gazeux, mais également le premier constituant gazeux, hors du réservoir, et que cette fuite de gaz était rédhibitoire pour l'obtention de rendements de séparation très élevés.

De manière tout à fait avantageuse, ils ont su tirer profit de cette observation, et déterminer que cette fuite résiduelle de mélange gazeux pouvait être significativement limitée, voire totalement supprimée, par une augmentation de la surface en section transversale du réservoir de la colonne d'absorption, par rapport aux colonnes proposées par l'art antérieur, pour une surface en section transversale de la zone de séparation de la colonne

d'absorption constante, de sorte à obtenir une surface en section transversale du réservoir, dans lequel est destiné à se trouver le bouchon liquide, au moins deux fois plus important que celui de la zone de séparation de la colonne d'absorption, ce qui assure que la solution absorbante chargée en deuxième

5 constituant gazeux, s'écoulant depuis la zone de séparation de la colonne d'absorption en direction du réservoir, circule dans le bouchon liquide contenu dans ce dernier à une vitesse inférieure à la vitesse ascensionnelle dans ce bouchon liquide des bulles de mélange gazeux entraînées dans le réservoir par la solution absorbante qui s'y écoule. Il est ainsi avantageusement évité que la

10 solution absorbante chargée de deuxième constituant gazeux n'entraîne avec elle une partie du mélange gazeux introduit dans la colonne, sous forme de bulles, dans le bouchon liquide et jusqu'à l'orifice de sortie de la solution absorbante, hors du réservoir. Il s'ensuit avantageusement un meilleur rendement de séparation du premier constituant gazeux et du deuxième

15 constituant gazeux contenus dans le mélange gazeux, dont la totalité est alors dirigée dans la zone de séparation de la colonne.

Par une telle diminution, voire même suppression, des fuites de mélange gazeux à travers le bouchon liquide contenu dans le réservoir de la colonne d'absorption, le dispositif selon l'invention permet une valorisation

20 complète et variée des constituants du mélange gazeux, qui peuvent être récupérés avec un haut degré de pureté, et notamment des constituants principaux du biogaz que sont le méthane et le dioxyde de carbone.

La surface en section transversale de la zone de séparation de la colonne d'absorption, et plus généralement son dimensionnement, sont dictés,

25 de manière classique en elle-même, par des considérations relevant du domaine du génie chimique, et déterminables par des calculs du ressort de l'homme du métier, en prenant notamment en compte la cinétique de captage du deuxième constituant gazeux et la capacité cyclique de la solution absorbante, pour assurer la meilleure efficacité d'absorption du deuxième

30 constituant gazeux par la solution absorbante.

Par vitesse descendante de la solution absorbante dans le volume de

solution absorbante contenu dans le réservoir, on entend dans la présente description la vitesse descendante moyenne sur toute la surface en section transversale du réservoir. Cette vitesse descendante dépend, outre de la surface en section transversale du réservoir, du débit de solution absorbante injecté en entrée de colonne et des caractéristiques physiques et physico-chimiques de la solution absorbante et du réservoir, telles que la masse volumique, la viscosité et la tension superficielle de la solution absorbante, et la rugosité de la paroi du réservoir.

Lorsque la solution absorbante est l'eau, cette vitesse descendante de la solution absorbante, V_{liq} , peut être approximée de manière relativement précise par l'équation :

$$V_{liq} = QL / S_R$$

où QL est le débit de solution absorbante introduite dans la colonne d'absorption, et S_R est la surface en section transversale du réservoir.

Par vitesse ascensionnelle de bulles du mélange gazeux dans le volume de solution absorbante contenu dans le réservoir, on entend la vitesse terminale ascensionnelle des bulles du mélange gazeux dans ce volume de liquide au repos. Cette vitesse ascensionnelle terminale, qui dépend du diamètre des bulles de mélange gazeux entraînées par la solution absorbante dans sa descente dans le réservoir, et des caractéristiques physiques et physico-chimiques de la solution absorbante, telles que sa masse volumique, sa viscosité et sa tension superficielle, peut également être déterminée par des calculs du ressort de l'homme du métier, ou de manière empirique.

Quelle que soit la composition du mélange gazeux, et le diamètre des bulles que ce mélange est susceptible de former dans le bouchon liquide, et quelles que soient les caractéristiques de la solution absorbante, pour des conditions opératoires classiques, notamment dans le domaine du traitement des biogaz, dans le dispositif selon l'invention, la vitesse ascensionnelle des bulles de mélange gazeux susceptibles d'être entraînées dans le volume de solution absorbante contenu dans le réservoir est avantageusement toujours supérieure à la vitesse descendante de la solution absorbante dans ce même

volume, si bien que les fuites de mélange gazeux hors du réservoir, à travers le bouchon liquide, sont fortement réduites.

En particulier, lorsque le mélange gazeux est composé principalement de méthane et de dioxyde de carbone, comme c'est le cas pour les biogaz
5 issus de la méthanisation, et que les conditions opératoires mises en œuvre prévoient que de faibles débits de mélange gazeux sont introduits dans la colonne d'absorption, par exemple de l'ordre de $40 \text{ Nm}^3/\text{h}$, correspondant aux débits de biogaz produits par des systèmes de méthanisation courants de taille petite ou moyenne, avec un débit adapté en conséquence de solution
10 absorbante, typiquement de l'eau, d'environ $10 \text{ Nm}^3/\text{h}$, dans le dispositif selon l'invention la zone de séparation est dimensionnée, de manière classique en elle-même, pour présenter une surface en section transversale d'environ $0,07 \text{ m}^2$, et le réservoir une surface en section transversale supérieure ou égale à $0,14 \text{ m}^2$. Ceci permet d'assurer que l'ensemble des bulles susceptibles
15 d'être entraînées dans le réservoir par la solution absorbante s'écoulant depuis la zone de séparation de la colonne d'absorption, remontent vers cette zone de séparation plus rapidement que la solution absorbante ne s'écoule dans le réservoir.

Ceci peut aisément être vérifié par observation, au moyen d'une
20 caméra, du fluide s'échappant au niveau de l'orifice de sortie hors du réservoir, ce fluide ne véhiculant aucune bulle de gaz.

Autrement, il entre dans les compétences de l'homme du métier du génie de procédé de le vérifier théoriquement, pour chaque couple mélange gazeux – solution absorbante donné, sur la base de ses connaissances
25 générales, illustrées notamment dans le chapitre 7 des travaux de R. Clift, J.R. Grace and M.E. Weber, *Bubbles drops and particles*, Dover Publications, Inc. Mineola, New York, 1978.

En particulier, le diamètre des bulles de gaz pour lesquelles la vitesse ascensionnelle dans le bouchon liquide contenu dans le réservoir est égale à la
30 vitesse descendante de la solution absorbante dans ce même bouchon liquide, peut être approximé par l'équation suivante, dérivée de l'équation de Stokes :

$$d = \left(\frac{(QL / S_R)^{1/2} \times 18 \times \mu}{(\rho_{liq} - \rho_{gaz}) \times g} \right)^{1/2}$$

où d est le diamètre des bulles de gaz (m), QL est le débit de solution absorbante introduite dans la colonne d'absorption (m³/s), S_R est la surface en section transversale du réservoir (m²), ρ_{liq} est la masse volumique du liquide (kg/m³), ρ_{gaz} est la masse volumique de gaz (kg/m³), g est l'accélération gravitaire (m/s²), et μ est la viscosité de la solution absorbante (Pa.s).

Pour toutes les bulles de diamètre supérieur, dans le bouchon liquide la vitesse ascensionnelle est supérieure à la vitesse descendante de la solution absorbante. Il est alors aisé pour l'homme du métier de vérifier que ce diamètre d théorique est bien inférieur au diamètre des bulles susceptibles de se former dans la réalité dans le bouchon liquide.

Pour le cas particulier exposé ci-avant, dans lequel le mélange gazeux est constitué principalement de méthane et de dioxyde de carbone, et la solution absorbante est de l'eau, le réservoir présentant une surface en section transversale égale à deux fois la surface en section transversale de la zone de séparation, c'est-à-dire égale à 0,14 m², on déduit de cette équation un diamètre de bulles de 134 μm. Ce diamètre correspond au diamètre des bulles de mélange gazeux pour lesquelles la vitesse ascensionnelle est égale à la vitesse descendante de la solution absorbante, et sont donc susceptibles d'être emportées avec cette dernière. Ce diamètre théorique est inférieur au diamètre des bulles de mélange gazeux réellement susceptibles d'être entraînées dans le réservoir par la solution absorbante s'écoulant depuis la zone de séparation de la colonne d'absorption. Une observation en conditions d'expérimentation réelle a permis aux présents inventeurs de déterminer que ce diamètre réel moyen est de 500 μm environ, et le diamètre des plus petites bulles observées étant d'environ 150 μm. Ceci démontre bien que dans ce cas, le dimensionnement du réservoir par rapport à la zone de séparation de la colonne d'absorption, tel que préconisé par la présente invention, permet avantageusement d'éviter toute fuite de gaz à travers le bouchon liquide lors de

la mise en œuvre du dispositif pour la séparation des constituants du mélange gazeux.

Préférentiellement, la surface en section transversale du réservoir de la colonne d'absorption est choisie de sorte à obtenir que la vitesse descendante de la solution absorbante, dans le volume de solution absorbante contenu dans le réservoir, soit au moins deux fois inférieure à la vitesse ascensionnelle du mélange gazeux dans ce même volume de solution absorbante. Il est du ressort de l'homme du métier de déterminer, en prenant en compte les explications ci-avant, la surface en section transversale du réservoir nécessaire à cet effet.

Dans des modes de réalisation particuliers de l'invention, la surface en section transversale du réservoir de la colonne d'absorption est comprise entre 2 et 4 fois la surface en section transversale de la zone de séparation de la colonne d'absorption, et préférentiellement encore comprise entre 2 et 3 fois la surface en section transversale de cette zone de séparation. En particulier, de telles bornes supérieures de ces fourchettes de valeurs facilitent avantageusement la fabrication et l'opération du dispositif selon l'invention.

La solution absorbante est choisie en fonction du mélange gazeux à traiter, et notamment du premier constituant gazeux et du deuxième constituant gazeux qu'il contient. Dans le cas d'application particulier du dispositif selon l'invention dans lequel le mélange gazeux est un biogaz, il s'agit de préférence d'une solution aqueuse, telle qu'une solution aqueuse de soude, d'amine(s) ou de chaux, et plus généralement une solution basique. Préférentiellement, la solution absorbante est l'eau.

Selon des modes de réalisation particuliers, l'invention répond en outre aux caractéristiques suivantes, mises en œuvre séparément ou en chacune de leurs combinaisons techniquement opérantes.

Dans des modes de réalisation particuliers de l'invention, l'orifice de sortie, hors du réservoir de la colonne d'absorption, de solution absorbante dans laquelle est dissous le deuxième constituant gazeux, est ménagé dans

une paroi latérale du réservoir, de préférence à proximité d'une paroi de fond de ce dernier. Par une telle caractéristique, le dispositif selon l'invention diffère des dispositifs proposés par l'art antérieur, qui prévoient au contraire une sortie du liquide à travers la paroi de fond du réservoir. Cette caractéristique permet
5 avantageusement de limiter plus encore, s'il tant est qu'il en soit besoin, les fuites de mélange gazeux au niveau de l'orifice de sortie de la solution liquide. Elle diminue en effet les possibilités de mise en mouvement de fluide, sous forme de vortex, au niveau du bouchon liquide, et par conséquent le risque qu'il se produise un effet de « perçage » du bouchon liquide qui pourrait être induit
10 par une telle mise en mouvement.

Un tel résultat avantageux est d'autant mieux atteint lorsque, conformément à une caractéristique particulière de l'invention, au moins une plaque de déflexion, de préférence une pluralité de plaques de déflexion, est / sont disposée(s) dans le réservoir de la colonne d'absorption, de sorte à
15 s'étendre dans la direction d'écoulement de la solution absorbante. Cette ou ces plaque(s) de déflexion permettent notamment de limiter plus encore les risques de génération d'un vortex dans le bouchon liquide, et ainsi d'éviter un perçage de ce dernier.

Chaque plaque de déflexion est de préférence disposée dans une
20 zone périphérique du réservoir, de sorte à s'étendre sensiblement depuis la paroi latérale de ce dernier, en direction de son centre. Chaque plaque est en outre préférentiellement disposée dans une partie inférieure du réservoir.

Dans le cas d'une pluralité de plaques de déflexion, ces dernières sont de préférence disposées à intervalle régulier les unes des autres.

25 Dans des modes de réalisation particuliers de l'invention, la zone de séparation de la colonne d'absorption contient des moyens de facilitation de l'absorption du deuxième constituant gazeux dans la solution absorbante, tels que des plateaux ou un garnissage, en particulier un garnissage en vrac, permettant d'augmenter la surface de contact entre la phase liquide et la phase
30 gazeuse circulant à contre-courant dans la zone de séparation. Le garnissage peut par exemple être un garnissage de type plastique. Il peut notamment

consister en des anneaux de Raschig

Selon une caractéristique particulièrement avantageuse de l'invention, les moyens de facilitation de l'absorption s'étendent alors de préférence dans la partie supérieure du réservoir de la colonne d'absorption, de sorte à assurer qu'il n'existe pas, ou très peu, d'espace libre entre ces moyens de facilitation de l'absorption et la surface supérieure du bouchon liquide qui remplit le réservoir, en opération du dispositif. Dans les dispositifs de l'art antérieur, un espace important existe entre le garnissage de la colonne d'absorption et le bouchon liquide, ce qui favorise l'accélération de gouttes de solution absorbante s'écoulant depuis le garnissage, et par conséquent un fort impact de ces gouttes à la surface du bouchon liquide, et l'entraînement de microbulles de mélange gazeux dans le bouchon liquide.

Au contraire, dans le dispositif selon l'invention, cette source de fuite de mélange gazeux dans le bouchon liquide est supprimée, ce qui participe avantageusement à améliorer le rendement de séparation du dispositif.

Dans des modes de réalisation particulièrement préférés de l'invention, la colonne d'absorption comporte, entre le réservoir et la zone de séparation, une portion intermédiaire, laquelle comporte un rétrécissement de sa surface en section transversale, de sorte à s'adapter, d'un côté, à la surface en section transversale de la zone de séparation, et de l'autre côté, à la surface en section transversale du réservoir de la colonne d'absorption. Les moyens de facilitation de l'absorption occupent alors l'ensemble du volume interne de cette portion intermédiaire, jusqu'à venir à fleur de surface du bouchon liquide. La colonne d'absorption est alors préférentiellement configurée de sorte que le mélange gazeux à purifier y soit introduit au niveau de cette portion intermédiaire, ou en partie inférieure de la zone de séparation.

Dans des modes de réalisation particuliers de l'invention, le dispositif comporte des moyens de séparation de la solution absorbante et du deuxième constituant gazeux qui y est dissous. Ces moyens de séparation sont connectés fluidiquement à l'orifice de sortie, hors du réservoir de la colonne d'absorption, de la solution absorbante dans laquelle est dissous le deuxième

constituant gazeux. Ainsi, la présente invention s'exprime également en termes d'un dispositif de récupération du deuxième constituant gazeux à partir du mélange gazeux le contenant en mélange avec le premier constituant gazeux.

Les moyens de séparation de la solution absorbante et du deuxième
5 constituant gazeux peuvent être de tout type classique en lui-même.

Préférentiellement, ces moyens de séparation comportent :

- un conduit connecté fluidiquement au réservoir de la colonne d'absorption à une première extrémité, et débouchant dans un bac de dégazage à une deuxième extrémité opposée,
- 10 - et un mélangeur disposé dans ce conduit.

De tels moyens de séparation sont notamment décrits dans le brevet FR-A-2 972 643 précité.

Selon une caractéristique particulièrement avantageuse de l'invention, le dispositif comporte des moyens de mise en circulation, dans la zone de
15 séparation de la colonne d'absorption, de la solution absorbante séparée du deuxième constituant gazeux par les moyens de séparation que comporte le dispositif, assurant ainsi un recyclage de la solution absorbante qui, une fois débarrassée du deuxième constituant gazeux, est alors à nouveau utilisée pour laver le mélange gazeux dans la zone de séparation de la colonne
20 d'absorption.

Le dispositif selon la présente invention permettant de limiter très fortement les fuites de mélange gazeux à travers le bouchon liquide, la solution absorbante qui est ainsi régénérée est quasiment entièrement dépourvue de premier constituant gazeux. La perte de premier constituant gazeux est ainsi
25 évitée.

Le dispositif peut en outre comporter des moyens de mise sous pression du mélange gazeux avant son introduction dans la colonne d'absorption, et des moyens de mise sous pression de la solution absorbante avant son introduction dans la colonne d'absorption, classiques en eux-mêmes.

Il peut également comporter des moyens de pilotage automatisés de ses différents composants, notamment des vannes, compresseurs, pompes de circulation et d'injection, etc.

Ce dispositif est particulièrement adapté au traitement de petits débits entrants de mélange gazeux, notamment de l'ordre de 40 Nm³/h. Il a en particulier été constaté par les présents inventeurs qu'en opération à de tels débits, il ne se produit aucun engorgement de la colonne d'absorption, des débits entrants constants peuvent être maintenus tant pour le mélange gazeux que pour la solution absorbante, et il peut être récupéré, en sortie en haut de la colonne d'absorption, un gaz dont la concentration volumique en méthane est supérieure à 96 %, et, en sortie des moyens de séparation gaz-liquide, un gaz dont la concentration volumique en dioxyde de carbone est également supérieure à 96 %.

En plus de performances de séparation élevées, le dispositif selon l'invention présente de grandes compacité, sobriété énergétique, simplicité d'opération et de maintenance, ainsi qu'un coût de fabrication raisonnable. Pour la purification de biogaz, il ne requiert en outre la mise en œuvre d'aucun produit chimique.

Un autre aspect de l'invention est l'utilisation du dispositif répondant à l'une ou plusieurs des caractéristiques ci-avant pour la séparation d'un premier constituant gazeux et d'un deuxième constituant gazeux contenus dans un mélange gazeux.

En particulier, le dispositif selon l'invention peut être utilisé pour la séparation de méthane, en tant que premier constituant gazeux, et de dioxyde de carbone, en tant que deuxième constituant gazeux, contenus dans un biogaz.

Le dispositif selon l'invention peut alors appartenir à une installation plus globale, comportant un système de méthanisation, pour la production de biogaz, en sortie duquel le dispositif selon l'invention est fluidiquement connecté, de sorte à permettre la récupération directe et en continu, à partir du

biogaz produit, d'une part de méthane, et d'autre part de dioxyde de carbone, à des taux de pureté élevés.

Le dispositif selon l'invention sera maintenant plus précisément décrit dans le cadre de modes de réalisation préférés, qui n'en sont nullement
5 limitatifs, représentés sur les figures 1 à 6, dans lesquelles :

- la figure 1 représente de manière schématique la colonne d'absorption d'un dispositif selon un mode de réalisation particulier de l'invention ;
- la figure 2 montre une vue en coupe transversale, selon le plan A-A,
10 de la colonne de la figure 1 ;
- la figure 3 montre une vue en coupe longitudinale d'une partie de la colonne d'absorption de la figure 1, incluant son réservoir ;
- la figure 4 représente de manière schématique un dispositif selon un mode de réalisation particulier de l'invention, comportant la colonne
15 d'absorption de la figure 1 ;
- la figure 5 montre des photographies du fluide s'échappant hors de l'orifice de sortie du réservoir, (a) pour un dispositif de séparation selon l'art antérieur, dans lequel le réservoir présente un diamètre égal au diamètre de la zone de séparation, (b) pour un dispositif selon l'invention, dans lequel le
20 réservoir présente un diamètre égal à 2 fois le diamètre de la zone de séparation ;
- et la figure 6 montre un graphe représentant le diamètre théorique des bulles retenues dans le bouchon liquide d'un dispositif de séparation des constituants gazeux d'un mélange gazeux, en fonction du rapport (diamètre du
25 réservoir / diamètre de la zone de séparation).

L'exemple de dispositif selon l'invention décrit ci-après l'est en référence à un domaine d'application préféré de l'invention qui est la séparation, à partir de biogaz, de méthane (premier constituant gazeux) et de dioxyde de carbone (deuxième constituant gazeux), en vue de leur

récupération pour leur valorisation. Un tel domaine d'application n'est toutefois nullement limitatif de la présente invention.

La colonne d'absorption 10 de ce dispositif selon l'invention est illustrée sur la figure 1. Une partie des composants internes de cette colonne, normalement non visibles, sont montrés sur cette figure pour des raisons de
5 meilleure compréhension de sa description.

La colonne d'absorption 10 comporte trois parties successives : une partie supérieure 11, dite zone de séparation, une partie inférieure 12, dite réservoir, et, reliant les deux, une portion intermédiaire 13.

10 Le réservoir 12 et la zone de séparation 11 peuvent présenter toute forme. Préférentiellement, tous deux présentent une forme sensiblement cylindrique. Conformément à la présente invention, le diamètre interne du réservoir 12 de la colonne d'absorption représentée sur cette figure 1 est au moins deux fois supérieur au diamètre interne de la zone de séparation 11,
15 plus précisément 2 fois supérieur.

La portion intermédiaire 13 présente quant à elle une partie en section transversale décroissante, de sorte à présenter, à une extrémité inférieure 131, un diamètre interne sensiblement égal au diamètre interne du réservoir 12, et, à une extrémité supérieure opposée 132, un diamètre interne sensiblement
20 égal au diamètre interne de la zone de séparation 11.

La portion intermédiaire 13 est fixée, de manière étanche aux fluides, d'une part à la zone de séparation 11, au moyen d'une bride de jonction 133, et d'autre part au réservoir 12, au moyen d'une bride de jonction 134.

La zone de séparation 11 est emplie d'un garnissage 111, représenté
25 par transparence en hachuré sur la figure 1. Ce garnissage est par exemple formé d'anneaux de Raschig en matériau plastique. Il s'étend dans la portion intermédiaire 13, et au-delà, dans la partie supérieure 126 du réservoir 12.

Des grilles support du garnissage 112, 113 sont disposées respectivement dans la zone de séparation 11 et dans le réservoir 12, en partie
30 supérieure 126 de ce dernier.

La colonne d'absorption 10 comporte une première canalisation 14 pour sa connexion hydraulique avec une source de biogaz sous pression. Cette première canalisation 14 peut déboucher dans la partie inférieure de la zone de séparation 11, ou, comme représenté sur la figure 1, dans la portion
5 intermédiaire 13, dans laquelle se trouve préférentiellement du garnissage 111.

La colonne d'absorption 10 comporte également une deuxième canalisation 15 pour sa connexion hydraulique avec une source de solution absorbante du dioxyde de carbone, par exemple de l'eau, sous pression. Cette deuxième canalisation 15 débouche dans la partie supérieure de la zone de
10 séparation 11, au-dessus du garnissage 111. Elle est de préférence associée à des moyens d'aspersion 151 répartis dans la zone de séparation 11 de telle sorte qu'ils permettent une aspersion uniforme de la solution absorbante sur le garnissage 111.

Le réservoir 12 est associé à deux capteurs 127, 128 de niveau de
15 liquide en son intérieur, disposés l'un au-dessus de l'autre au niveau de la partie supérieure 126 du réservoir 12. Ces capteurs sont destinés à réguler le niveau de liquide qui est contenu dans le réservoir 12 lorsque la colonne d'absorption 10 est en fonctionnement. Sur la figure 1, la colonne 10 est représentée avec un volume de solution absorbante 16 contenu dans le
20 réservoir 12. Ce volume 16 est désigné dans la suite de la présente description par les termes « bouchon liquide », ou encore « pied d'eau ». Le dispositif est piloté, à partir des informations relevées par les capteurs de niveau 127, 128, de sorte à assurer que la surface supérieure 161 du bouchon liquide 16 soit toujours située entre ces capteurs de niveau 127, 128 lors du fonctionnement
25 du dispositif selon l'invention.

Préférentiellement, le garnissage 111 s'étend jusqu'à la hauteur du capteur de niveau supérieur 127, ou entre les deux capteurs de niveau 127, 128, de sorte à assurer que l'espace libre situé entre la surface supérieure 161 du bouchon liquide 16 et le garnissage 111 soit le plus réduit possible, voire
30 sensiblement inexistant.

Le réservoir 12 est délimité périphériquement par une paroi latérale

121, et il comporte une paroi de fond 122. A proximité de cette paroi de fond 122, sa paroi latérale 121 est percée d'un orifice 17 pour la sortie de liquide hors du réservoir 12, plus précisément de solution absorbante chargée en dioxyde de carbone extrait du biogaz, via une troisième canalisation 18.

5 A l'extrémité supérieure 114 de la zone de séparation 11, la colonne d'absorption 10 comporte une quatrième canalisation 19, pour la sortie, hors de la zone de séparation 11, du gaz ayant transité par la zone de séparation 11, c'est-à dire d'un gaz fortement enrichi en méthane, et sensiblement dénué de dioxyde de carbone.

10 La colonne d'absorption 10 comporte en outre, dans le réservoir 12, des plaques de déflexion 124. Dans l'exemple de réalisation particulier illustré sur la figure 2, ces plaques 124 sont au nombre de 4, disposées à intervalle régulier l'une de l'autre, dans une zone périphérique 123 du réservoir 12. Ces plaques 124 s'étendent par exemple, pour leur largeur, depuis la paroi latérale
15 121 du réservoir 12, en direction de son centre, et comme illustré sur la figure 3, pour leur hauteur, depuis la paroi de fond 122 du réservoir 12, selon la direction 125 d'écoulement, dans le réservoir, du liquide provenant de la zone de séparation 11 de la colonne d'absorption 10. Les plaques de déflexion 124 s'étendent de préférence sur plus de la moitié de la hauteur du réservoir 12, de
20 préférence sensiblement sur toute la hauteur de ce dernier. A titre d'exemple, elles peuvent présenter chacune une hauteur de 800 mm, une largeur de 50 mm et une épaisseur de 10 mm.

Un exemple de dispositif selon l'invention dans une configuration complète pour son fonctionnement pour la séparation et la récupération, à
25 partir de biogaz, de méthane et de dioxyde de carbone, est montré sur la figure 4.

Ce dispositif comporte la colonne d'absorption 10 décrite ci-avant en référence aux figures 1 à 3.

Outre la colonne d'absorption 10, il comporte principalement les
30 composants suivants.

Sur la première canalisation 14, destinée à approvisionner la colonne d'absorption 10 en biogaz à traiter, sont montés successivement un organe 21 de désulfurisation du biogaz, à base par exemple de limaille de fer, et un compresseur 22 pour la mise sous pression du gaz avant son injection dans la

5 colonne d'absorption 10. Le compresseur 22 est piloté par des moyens de commande automatiques, pour obtenir la pression et le débit souhaité de biogaz en entrée de la colonne d'absorption 10. Le biogaz parvient à la première canalisation 14 depuis l'installation dans laquelle il a été produit, selon la direction indiquée en 41 sur la figure 4, pour être injecté dans la

10 portion intermédiaire 13 de la colonne d'absorption 10.

Dans la colonne d'absorption 10, le biogaz s'élève naturellement, pour sa plus grande partie, en direction de l'extrémité supérieure 114 de la zone de séparation 11, comme indiqué en 42 sur la figure 4.

Sur la deuxième canalisation 15, qui amène la solution absorbante, par exemple de l'eau, dans la zone de séparation 11, est montée une pompe

15 23, qui, comme tous les autres organes du dispositif, est pilotée par des moyens de commande automatique, de sorte à alimenter la colonne d'absorption 10 avec le débit de solution absorbante souhaité, à la pression souhaitée. Ces moyens de commande automatique sont classiques en eux-

20 mêmes et ne sont pas représentés sur la figure 4.

La solution absorbante, injectée en direction du garnissage 111 selon la direction indiquée en 43 sur la figure 4, et s'écoulant à travers ce garnissage, vient alors en contact avec le biogaz qui s'élève quant à lui, à contre-courant, dans la zone de séparation 11. Il se produit une dissolution sélective dans la

25 solution absorbante du dioxyde de carbone contenu dans le biogaz, sur une surface de contact importante. Le biogaz voit ainsi sa concentration en dioxyde de carbone diminuer tout au long de sa remontée de la zone de séparation 11, alors que la solution absorbante se charge quant à elle de ce dioxyde de carbone tout au long de sa descente.

30 Lorsqu'il parvient à l'extrémité supérieure 114 de la zone de séparation 11, le gaz épuré de dioxyde de carbone, et très riche en méthane, emprunte la

quatrième canalisation 19, qui présente une régulation mécanique de sa pression interne grâce à un déverseur 24 monté sur cette canalisation 19. Ce déverseur 24 ne s'ouvre que proportionnellement au débit entrant, et ce lorsque la pression souhaitée est atteinte. Le gaz épuré a trois possibilités de circulation : une voie de récupération du méthane en vue de sa revalorisation, selon la direction indiquée en 44 sur la figure 4, ou, le cas échéant, des voies de recirculation 25 dans la colonne d'absorption 10 ou de vidange 26, pour la mise à l'arrêt du dispositif.

La solution absorbante chargée en dioxyde de carbone s'écoule quant à elle, sous forme de gouttes, depuis le garnissage 111 jusqu'au réservoir 12, selon la direction indiquée en 125 sur la figure 4, pour y former le bouchon liquide 16. Comme exposé ci-avant, le niveau de solution absorbante dans le bouchon liquide 16 est régulé de sorte à ce que sa surface supérieure 161 se trouve en permanence située entre les capteurs de niveau 127, 128. Cette régulation est assurée par un système de régulation comprenant des moyens de pilotage automatique, en fonction des informations relevées par les capteurs de niveau 127, 128, de l'ouverture ou de la fermeture d'une vanne 27 montée sur la troisième canalisation 18, de sortie de solution absorbante, chargée en dioxyde de carbone, hors du réservoir 12. Le pilotage de la vanne 27 permet notamment de contrôler le débit de liquide circulant dans la troisième canalisation 18.

Lors de son écoulement dans le garnissage 111, la solution absorbante est susceptible d'entraîner avec elles des microbulles de biogaz, en direction du réservoir 12 et dans le bouchon liquide 16.

Il a été déterminé par les présents inventeurs que de telles microbulles présentent un diamètre moyen de 0,5 mm. Pour cela, les inventeurs ont mis en œuvre un dispositif de séparation de l'art antérieur, tel que décrit dans le document FR-A-2 972 643, dans lequel le réservoir présente le même diamètre que la zone de séparation de la colonne d'absorption (soit 0,3 m), avec un débit entrant de biogaz de 40 Nm³/h et un débit entrant de solution absorbante (eau) de 10 Nm³/h. Une observation de la canalisation de sortie de solution

absorbante, chargée en dioxyde de carbone, hors du réservoir du dispositif, a été effectuée. L'image observée est montrée sur la figure 5(a). On y observe, dans le liquide, la présence de nombreuses bulles gazeuses, sous forme de taches blanches, dont le diamètre moyen est mesuré à 0,5 mm. Le diamètre
5 des plus petites bulles observées est d'environ 250 μm .

Dans le dispositif selon l'invention tel que décrit ci-dessus, le bouchon liquide 16, en raison de la surface en section transversale du réservoir 12, qui a été avantageusement choisie à cet effet, les microbulles présentent une vitesse ascensionnelle, en direction de la zone de séparation 11 surplombant le
10 réservoir 12, qui est bien supérieure à la vitesse descendante de la solution absorbante, chargée en dioxyde de carbone, dans le bouchon liquide 16. Les microbulles de biogaz remontent ainsi rapidement à la surface 161 du bouchon liquide 16, et seule la solution absorbante dans laquelle est dissous le dioxyde de carbone, mais dénuée de méthane, parvient, dans le fond du réservoir 12, à
15 l'orifice de sortie 17.

Il a été réalisé l'observation du fluide circulant dans la canalisation 18 s'étendant depuis cet orifice de sortie 17, dans une expérience menée selon les conditions opératoires décrites ci-dessus en référence à la figure 5(a). Le réservoir présente un diamètre double de celui la zone de séparation de la
20 colonne d'absorption (soit respectivement 0,6 m et 0,3 m), le débit entrant de biogaz est de 40 Nm^3/h et le débit entrant de solution absorbante (eau) est de 10 Nm^3/h . L'image observée est montrée sur la figure 5(b). On n'observe, dans le liquide, la présence d'aucune bulle de gaz, ce qui démontre l'efficacité du dimensionnement du réservoir préconisé par la présente invention.

25 La très faible occurrence de fuite de biogaz par l'orifice 17 de sortie hors du réservoir 12 est d'autant plus accentuée par l'absence d'espace libre entre le garnissage 111 et la surface supérieure 161 du bouchon liquide 16, par la présence dans le réservoir des plaques de déflexion 124 et par le fait que l'orifice de sortie 17 est situé sur la paroi latérale 121 du réservoir 12, et non
30 dans le fond de celui-ci.

La solution absorbante chargée en dioxyde de carbone circule depuis cet orifice de sortie 17, dans la troisième canalisation 18, selon la direction indiquée en 45 sur la figure 4, à un débit régulé par la vanne 27. Cette vanne 27 constitue en outre un moyen de détente, permettant de ramener la solution absorbante à pression atmosphérique.

La troisième canalisation 18 amène la solution absorbante à un système de séparation de la solution absorbante et du dioxyde de carbone. Ce système comporte un mélangeur statique 28, qui crée une grande agitation mécanique et passive. Cette agitation permet un dégazage du dioxyde de carbone qui, à pression atmosphérique, est moins soluble dans la solution absorbante.

L'ensemble circule ensuite dans une conduite 29 de longue dimension, qui l'amène dans un bac de dégazage 30 de grand volume, dans lequel il est stocké. Il s'y produit une séparation de la solution absorbante et du dioxyde de carbone, ce dernier remontant à la surface sous forme de microbulles, pour s'en échapper selon la direction indiquée en 46 sur la figure 4. Le dispositif peut comporter des moyens de récupération de ce dioxyde de carbone (non représentés sur la figure), en vue de sa revalorisation.

La deuxième canalisation 15 est fluidiquement connectée, à une extrémité opposée à l'extrémité d'injection de solution absorbante dans la zone de séparation 11 de la colonne d'absorption 10, à ce bac de dégazage 30. La pompe 23 montée sur cette deuxième canalisation 15 assure alors la circulation de solution absorbante régénérée, c'est-à-dire débarrassée du dioxyde de carbone, selon la direction indiquée en 47 sur la figure 4, dans cette canalisation 15, en vue de sa réinjection dans la colonne d'absorption 10. Une telle étape de recyclage de la solution absorbante permet avantageusement de diminuer le coût de fonctionnement du dispositif.

Comme indiqué ci-avant, le fonctionnement du dispositif selon l'invention peut être commandé de manière entièrement automatisée, notamment en ce qui concerne les débits circulant de gaz et de liquide, la pression à l'intérieur de la colonne et le niveau du bouchon liquide 16 dans le

réservoir 12.

Les différentes étapes de calcul et de commande sont de préférence effectuées par un système du type ordinateur programmé, comportant au moins un microprocesseur et des moyens de mémorisation (disque dur
5 magnétique, mémoire flash, disque optique, etc.) dans lesquels est mémorisé un produit programme d'ordinateur, sous la forme d'un ensemble d'instructions de code de programme à exécuter pour mettre en œuvre les différentes étapes de calcul du procédé de pilotage du dispositif selon l'invention.

A titre d'exemple, il est réalisé l'expérience suivante de mise en œuvre
10 du dispositif conforme à l'invention décrit ci-avant.

Le dimensionnement de la colonne d'absorption 10 est le suivant : hauteur totale : 2,10 m ; diamètre interne de la zone de séparation 11 : 0,25 m ; diamètre interne du réservoir 12 : 0,6 m ; hauteur du bouchon liquide 16 : 0,8 m. La pression à l'intérieur de la colonne d'absorption 10 est fixée à 7 bars.
15 Le débit de mélange gazeux (biogaz) entrant dans la colonne 10 est de 40 Nm³/h, et le débit de solution absorbante (eau) entrant dans la colonne 10 est de 10 Nm³/h. La température est de 20 °C.

Pour de telles conditions, on détermine que le diamètre des bulles de biogaz susceptibles d'être entraînées par l'eau ruisselant depuis la zone de
20 séparation 11 de la colonne 10 dans le bouchon liquide 16 est égal à 0,5 mm. On en déduit une vitesse terminale ascensionnelle de ces bulles dans le bouchon liquide 16 au repos proche de 0,06 m/s. Par ailleurs, la vitesse descendante de l'eau dans le bouchon liquide 16 est déterminée à 0,01 m/s. Cette vitesse est très nettement inférieure à la vitesse ascensionnelle du
25 mélange gazeux, comme préconisé par la présente invention.

Lors du fonctionnement du dispositif dans de telles conditions, pendant 4 heures, on n'observe aucun engorgement de la colonne d'absorption 10. On récupère, en sortie en haut de colonne, un gaz dont la concentration volumique en méthane est supérieure à 96 %, et, en sortie des moyens de
30 séparation gaz-liquide, un gaz dont la concentration volumique en dioxyde de

carbone est également supérieure à 96 %.

La pertinence du choix d'un rapport de surface en section transversale du réservoir, par rapport à la surface en section transversale de la zone de séparation de la colonne d'absorption, supérieur ou égal à 2, a été confirmée
5 de manière théorique et de manière expérimentale.

De manière théorique, dans le mode de réalisation décrit ci-avant d'un réservoir et d'une zone de séparation de forme cylindrique, le diamètre des bulles retenues dans le bouchon liquide a été calculé, pour différents rapports D_R / D_Z , où D_R représente le diamètre du réservoir et D_Z représente le
10 diamètre de la zone de séparation, au moyen des équations ci-dessous. Il a été fixé les valeurs suivantes : $D_Z = 0,3$ m et $QL = 10$ m³/h, avec le méthane en tant que gaz et l'eau en tant que solution absorbante.

$$\left[\frac{V_{Bulle} * 18 * \mu}{(\rho_{Liquide} - \rho_{Gaz}) * g} \right]^{\frac{1}{2}} = d_{bulle}$$

et

$$V_{Bulle} = \left(\frac{4 * QL}{\Pi * D_R^2} \right)^{\frac{1}{2}}$$

15

où d_{bulle} est le diamètre des bulles de gaz retenues (m), QL est le débit de solution absorbante introduite dans la colonne d'absorption (m³/s), D_R est le diamètre du réservoir (m), $\rho_{Liquide}$ est la masse volumique du liquide (kg/m³), ρ_{gaz} est la masse volumique de gaz (kg/m³), g est l'accélération gravitaire
20 (m/s²), et μ est la viscosité de la solution absorbante (Pa.s).

On obtient les résultats indiqués dans le tableau 1 ci-dessous.

D_R / D_Z	1	1,5	1,8	2	3,2	5
Diamètre des bulles de gaz retenues (μm)	0,268	0,179	0,149	0,134	0,0839	0,0537

Tableau 1 – Diamètre des bulles retenues dans le bouchon liquide en fonction du rapport (diamètre du réservoir D_R / diamètre de la zone de séparation D_Z)

Il a été tracé à partir de ces valeurs le graphe montré sur la figure 6. Ce graphe montre qu'au-delà d'un rapport (diamètre du réservoir / diamètre de la zone de séparation) égal à 2, la taille des bulles retenues varie peu, et est largement inférieure à la taille réelle des bulles pouvant être observées expérimentalement. Lorsque ce rapport est inférieur à 2, la taille des bulles retenues varie de manière importante en fonction du rapport de diamètres.

Ces résultats théoriques ont été complétés par des expériences réelles réalisées comme décrit ci-avant en référence aux figures 5(a) et 5(b). Comme exposé ci-avant, une observation du liquide en sortie du réservoir a montré, pour un rapport D_R / D_Z égal à 1, la présence de nombreuses bulles. Pour un rapport D_R / D_Z égal à 1,8 (observations non montrées sur les figures), on a toujours observé la présence dans le liquide de bulles de gaz, de faible diamètre, en quantité moindre cependant. Pour un rapport D_R / D_Z égal à 2 (observation montrée sur la figure 5(b)), conforme à la présente invention, on n'a observé aucune bulle de gaz dans le liquide.

REVENDICATIONS

1. Dispositif de séparation d'un premier constituant gazeux et d'un deuxième constituant gazeux contenus dans un mélange gazeux, comportant :

- une colonne de séparation par absorption liquide-gaz, dite colonne d'absorption (10), comportant une partie inférieure, dite réservoir (12), et une
5 partie supérieure, dite zone de séparation (11),

- des moyens de mise en contact par circulation à contre-courant, dans la zone de séparation (11) de ladite colonne d'absorption (10), dudit mélange gazeux et d'une solution liquide apte à absorber sélectivement ledit deuxième constituant gazeux, dite solution absorbante,

10 - le réservoir (12) de la colonne étant destiné à recevoir un volume (16) de solution absorbante dans laquelle est dissous le deuxième constituant gazeux, et comportant un orifice (17) de sortie hors dudit réservoir (12) de ladite solution absorbante dans laquelle est dissous ledit deuxième constituant gazeux,

15 - et des moyens (19) de récupération dudit premier constituant gazeux séparé dudit deuxième constituant gazeux,

ledit dispositif étant caractérisé en ce que la surface en section transversale du réservoir (12) de la colonne d'absorption (10) est supérieure ou égale à deux fois la surface en section transversale de la zone de séparation
20 (11) de la colonne d'absorption (10).

2. Dispositif selon la revendication 1, dans lequel la surface en section transversale du réservoir (12) de la colonne d'absorption (10) est comprise entre 2 et 4 fois la surface en section transversale de la zone de séparation (11) de la colonne d'absorption (10).

25 3. Dispositif selon l'une quelconque des revendications 1 à 2, dans

lequel l'orifice (17) de sortie, hors du réservoir (12) de la colonne d'absorption (10), de solution absorbante dans laquelle est dissous le deuxième constituant gazeux, est ménagé dans une paroi latérale (121) dudit réservoir (12), de préférence à proximité d'une paroi de fond (122) dudit réservoir (12).

5 4. Dispositif selon l'une quelconque des revendications 1 à 3, dans lequel au moins une plaque de déflexion (124), de préférence une pluralité de plaques de déflexion (124), sont disposées dans le réservoir (12) de la colonne d'absorption (10), de sorte à s'étendre dans la direction (125) d'écoulement de la solution absorbante, de préférence dans une zone périphérique (123) dudit
10 réservoir (10).

 5. Dispositif selon l'une quelconque des revendications 1 à 4, dans lequel la zone de séparation (11) de la colonne d'absorption (10) contient des moyens (111) de facilitation de l'absorption du deuxième constituant gazeux dans la solution absorbante, tels que des plateaux ou un garnissage, et dans
15 lequel lesdits moyens de facilitation de l'absorption (111) s'étendent dans la partie supérieure (126) du réservoir (12) de la colonne d'absorption (10).

 6. Dispositif selon l'une quelconque des revendications 1 à 5, comportant des moyens de séparation (28, 29, 30) de la solution absorbante et du deuxième constituant gazeux qui y est dissous, connectés fluidiquement à
20 l'orifice (17) de sortie, hors du réservoir (12) de la colonne d'absorption (10), de ladite solution absorbante dans laquelle est dissous ledit deuxième constituant gazeux.

 7. Dispositif selon la revendication 6, dans lequel les moyens (28, 29, 30) de séparation de la solution absorbante et du deuxième constituant gazeux qui y est dissous, comportent :
25 gazeux qui y est dissous, comportent :

- un conduit (29) connecté fluidiquement au réservoir (12) de la colonne d'absorption (10) à une première extrémité, et débouchant dans un bac de dégazage (30) à une deuxième extrémité opposée,

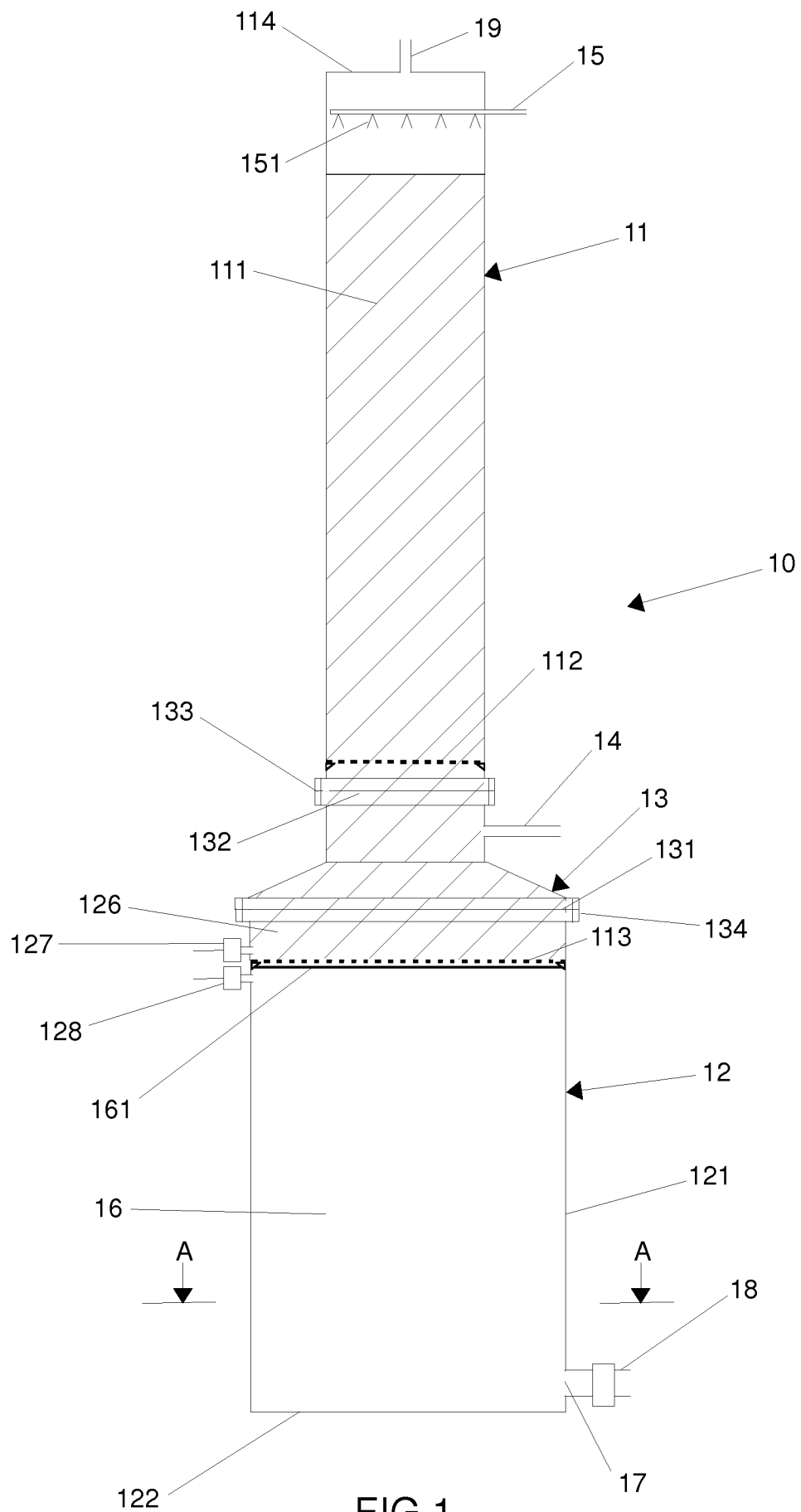
- et un mélangeur (28) disposé dans ledit conduit (29).

8. Dispositif selon la revendication 7, comportant des moyens (15,23) de mise en circulation, dans la zone de séparation (11) de la colonne d'absorption (10), de la solution absorbante séparée du deuxième constituant gazeux par lesdits moyens de séparation (28, 29, 30).

5 **9.** Utilisation d'un dispositif selon l'une quelconque des revendications 1 à 8 pour la séparation d'un premier constituant gazeux et d'un deuxième constituant gazeux contenus dans un mélange gazeux.

10. Utilisation selon la revendication 9, selon laquelle le mélange gazeux est un biogaz, le premier constituant gazeux est le méthane et le
10 deuxième constituant gazeux est le dioxyde de carbone.

1/3



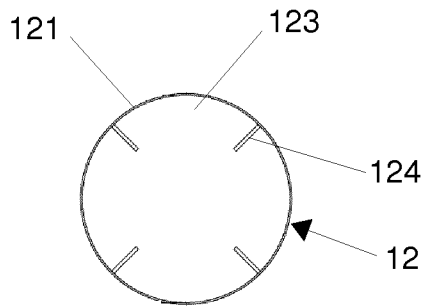


FIG 2

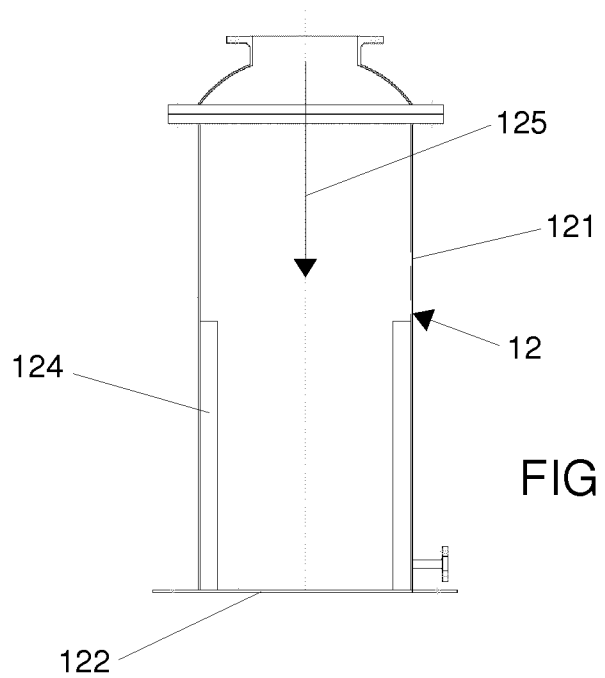


FIG 3

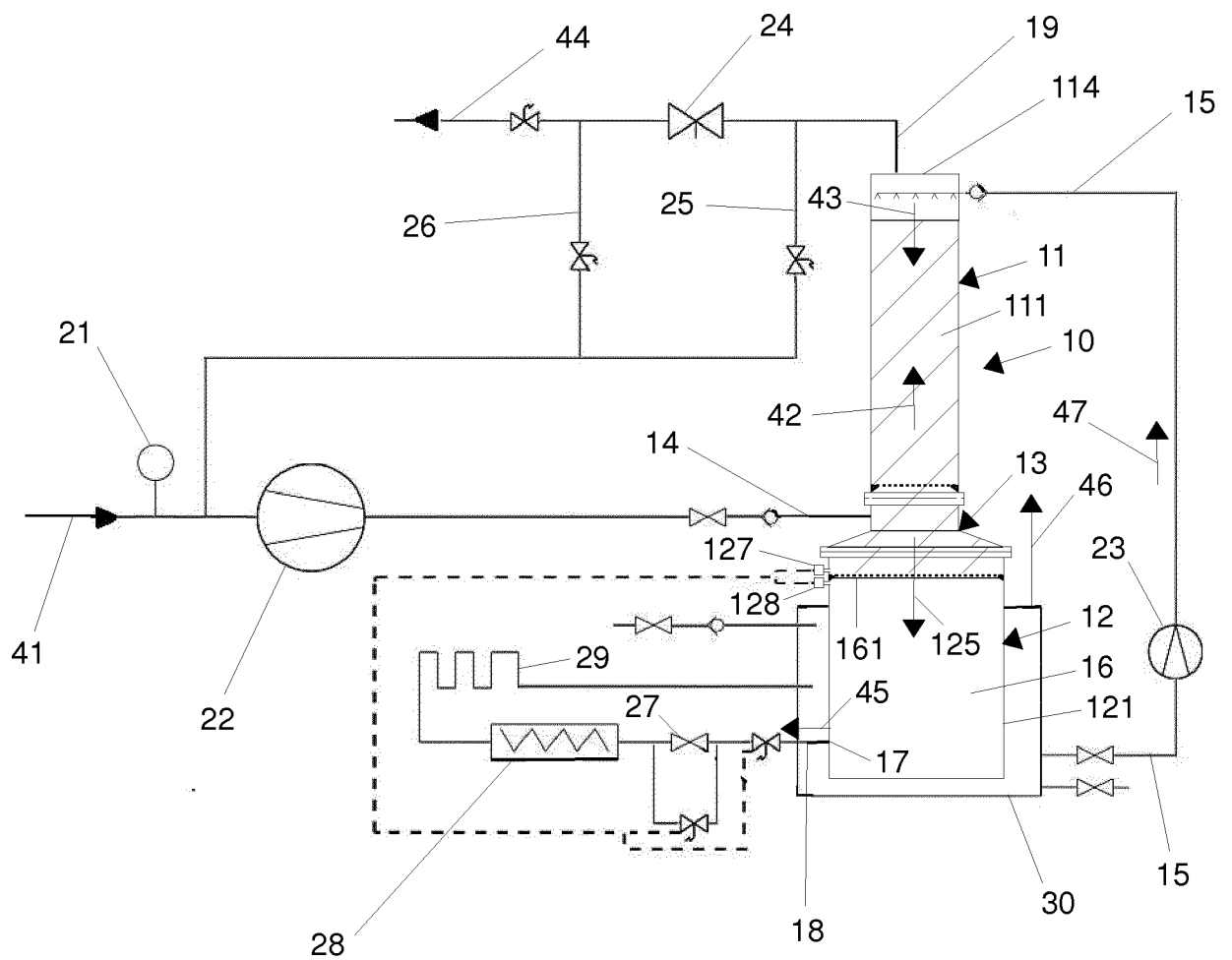


FIG 4

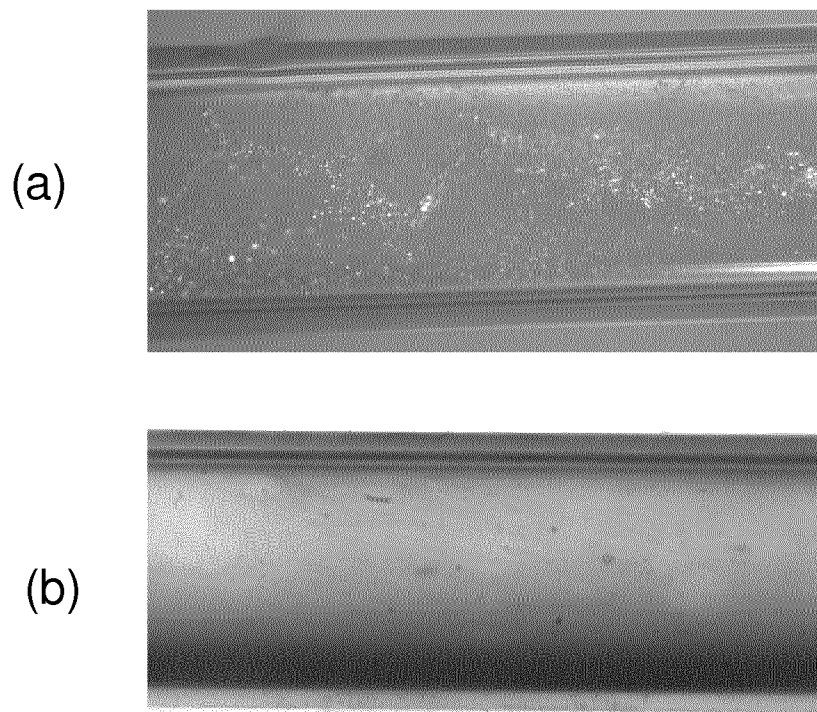


FIG 5

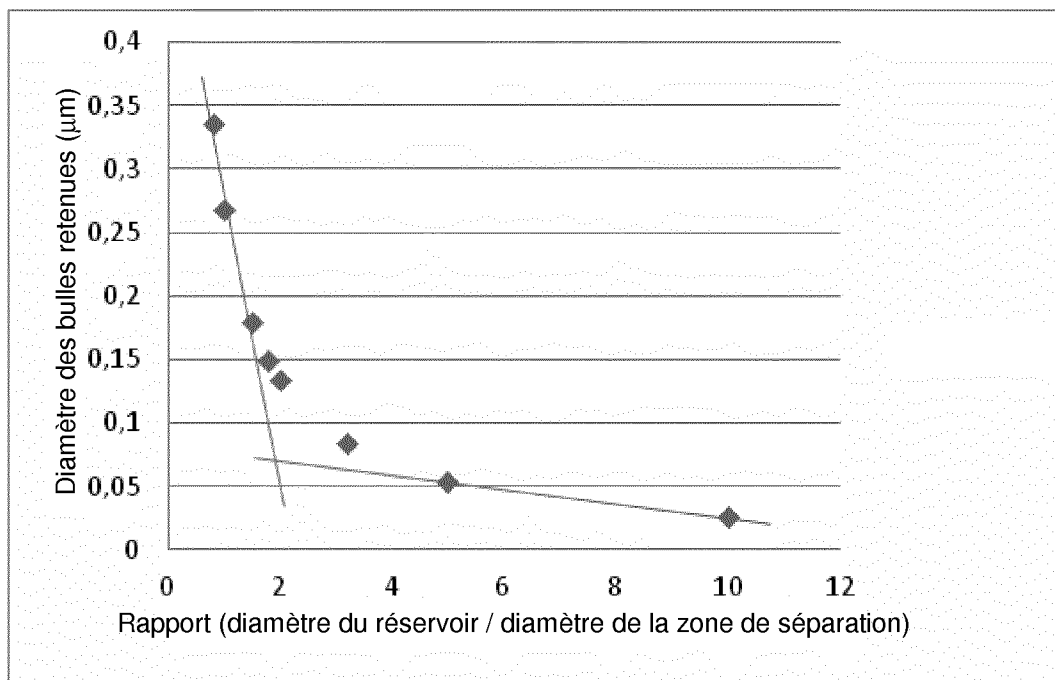


FIG 6

INTERNATIONAL SEARCH REPORT

International application No
PCT/EP2015/054926

A. CLASSIFICATION OF SUBJECT MATTER
INV. B01D53/14 B01D53/18
ADD.

According to International Patent Classification (IPC) or to both national classification and IPC

B. FIELDS SEARCHED

Minimum documentation searched (classification system followed by classification symbols)
B01D

Documentation searched other than minimum documentation to the extent that such documents are included in the fields searched

Electronic data base consulted during the international search (name of data base and, where practicable, search terms used)

EPO-Internal, WPI Data

C. DOCUMENTS CONSIDERED TO BE RELEVANT

Category*	Citation of document, with indication, where appropriate, of the relevant passages	Relevant to claim No.
X	EP 0 077 519 A1 (CGA ALCATEL [FR]) 27 April 1983 (1983-04-27)	1-5
Y	page 3, lines 1-19; figure 1 page 6, lines 5-20	6-10
Y	----- FR 2 972 643 A1 (ARIA EN DEV ENVIRONNEMENT [FR]) 21 September 2012 (2012-09-21)	6-10
A	the whole document	1-3
A	----- WO 2009/155790 A1 (SU QINGQUAN [CN]) 30 December 2009 (2009-12-30) abstract; figure 1	1-10



Further documents are listed in the continuation of Box C.



See patent family annex.

* Special categories of cited documents :

"A" document defining the general state of the art which is not considered to be of particular relevance

"E" earlier application or patent but published on or after the international filing date

"L" document which may throw doubts on priority claim(s) or which is cited to establish the publication date of another citation or other special reason (as specified)

"O" document referring to an oral disclosure, use, exhibition or other means

"P" document published prior to the international filing date but later than the priority date claimed

"T" later document published after the international filing date or priority date and not in conflict with the application but cited to understand the principle or theory underlying the invention

"X" document of particular relevance; the claimed invention cannot be considered novel or cannot be considered to involve an inventive step when the document is taken alone

"Y" document of particular relevance; the claimed invention cannot be considered to involve an inventive step when the document is combined with one or more other such documents, such combination being obvious to a person skilled in the art

"&" document member of the same patent family

Date of the actual completion of the international search

19 May 2015

Date of mailing of the international search report

27/05/2015

Name and mailing address of the ISA/

European Patent Office, P.B. 5818 Patentlaan 2
NL - 2280 HV Rijswijk
Tel. (+31-70) 340-2040,
Fax: (+31-70) 340-3016

Authorized officer

Artos Fernández, V

INTERNATIONAL SEARCH REPORT

Information on patent family members

International application No

PCT/EP2015/054926

Patent document cited in search report		Publication date		Patent family member(s)		Publication date
EP 0077519	A1	27-04-1983	EP	0077519 A1		27-04-1983
			FR	2514660 A1		22-04-1983

FR 2972643	A1	21-09-2012	NONE			

WO 2009155790	A1	30-12-2009	CN	101612512 A		30-12-2009
			WO	2009155790 A1		30-12-2009

RAPPORT DE RECHERCHE INTERNATIONALE

Demande internationale n°

PCT/EP2015/054926

A. CLASSEMENT DE L'OBJET DE LA DEMANDE
INV. B01D53/14 B01D53/18
ADD.

Selon la classification internationale des brevets (CIB) ou à la fois selon la classification nationale et la CIB

B. DOMAINES SUR LESQUELS LA RECHERCHE A PORTE

Documentation minimale consultée (système de classification suivi des symboles de classement)
B01D

Documentation consultée autre que la documentation minimale dans la mesure où ces documents relèvent des domaines sur lesquels a porté la recherche

Base de données électronique consultée au cours de la recherche internationale (nom de la base de données, et si cela est réalisable, termes de recherche utilisés)
EPO-Internal, WPI Data

C. DOCUMENTS CONSIDERES COMME PERTINENTS

Catégorie*	Identification des documents cités, avec, le cas échéant, l'indication des passages pertinents	no. des revendications visées
X	EP 0 077 519 A1 (CGA ALCATEL [FR]) 27 avril 1983 (1983-04-27)	1-5
Y	page 3, ligne 1-19; figure 1 page 6, ligne 5-20	6-10
Y	----- FR 2 972 643 A1 (ARIA EN DEV ENVIRONNEMENT [FR]) 21 septembre 2012 (2012-09-21)	6-10
A	le document en entier	1-3
A	----- WO 2009/155790 A1 (SU QINGQUAN [CN]) 30 décembre 2009 (2009-12-30) abrégé; figure 1	1-10



Voir la suite du cadre C pour la fin de la liste des documents



Les documents de familles de brevets sont indiqués en annexe

* Catégories spéciales de documents cités:

"A" document définissant l'état général de la technique, non considéré comme particulièrement pertinent

"E" document antérieur, mais publié à la date de dépôt international ou après cette date

"L" document pouvant jeter un doute sur une revendication de priorité ou cité pour déterminer la date de publication d'une autre citation ou pour une raison spéciale (telle qu'indiquée)

"O" document se référant à une divulgation orale, à un usage, à une exposition ou tous autres moyens

"P" document publié avant la date de dépôt international, mais postérieurement à la date de priorité revendiquée

"T" document ultérieur publié après la date de dépôt international ou la date de priorité et n'appartenant pas à l'état de la technique pertinent, mais cité pour comprendre le principe ou la théorie constituant la base de l'invention

"X" document particulièrement pertinent; l'invention revendiquée ne peut être considérée comme nouvelle ou comme impliquant une activité inventive par rapport au document considéré isolément

"Y" document particulièrement pertinent; l'invention revendiquée ne peut être considérée comme impliquant une activité inventive lorsque le document est associé à un ou plusieurs autres documents de même nature, cette combinaison étant évidente pour une personne du métier

"&" document qui fait partie de la même famille de brevets

Date à laquelle la recherche internationale a été effectivement achevée

19 mai 2015

Date d'expédition du présent rapport de recherche internationale

27/05/2015

Nom et adresse postale de l'administration chargée de la recherche internationale

Office Européen des Brevets, P.B. 5818 Patentlaan 2
NL - 2280 HV Rijswijk
Tel. (+31-70) 340-2040,
Fax: (+31-70) 340-3016

Fonctionnaire autorisé

Artos Fernández, V

RAPPORT DE RECHERCHE INTERNATIONALE

Renseignements relatifs aux membres de familles de brevets

Demande internationale n°

PCT/EP2015/054926

Document brevet cité au rapport de recherche		Date de publication	Membre(s) de la famille de brevet(s)	Date de publication
EP 0077519	A1	27-04-1983	EP 0077519 A1	27-04-1983
			FR 2514660 A1	22-04-1983

FR 2972643	A1	21-09-2012	AUCUN	

WO 2009155790	A1	30-12-2009	CN 101612512 A	30-12-2009
			WO 2009155790 A1	30-12-2009
