

⑫

DEMANDE DE BREVET D'INVENTION

A1

②2 Date de dépôt : 12.09.01.

③0 Priorité :

④3 Date de mise à la disposition du public de la  
demande : 14.03.03 Bulletin 03/11.

⑤6 Liste des documents cités dans le rapport de  
recherche préliminaire : *Se reporter à la fin du  
présent fascicule*

⑥0 Références à d'autres documents nationaux  
apparentés :

⑦1 Demandeur(s) : LAB SA Société anonyme — FR.

⑦2 Inventeur(s) : BLANC DOMINIQUE.

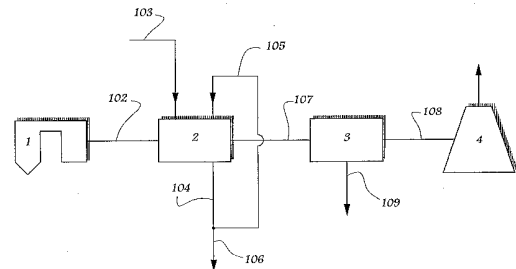
⑦3 Titulaire(s) :

⑦4 Mandataire(s) : CABINET LAVOIX LYON.

⑤4 PROCÉDE D'EPURATION DE GAZ DE COMBUSTION CONTENANT DE L'ACIDE CHLORHYDRIQUE ET DE  
L'AMMONIAC.

⑤7 Selon ce procédé:

- on introduit (par 102) les gaz dans un absorbeur (2),  
alimenté (par 105) par une solution concentrée d'acide chlo-  
rhydrique, dont la teneur est comprise entre 9 et 16% en  
poids, de préférence comprise entre 12 et 15% en poids;  
- on dirige vers l'absorbeur (2) une quantité d'eau d'ap-  
point, représentant en poids de 6 à 15% des gaz introduits ;  
- on renvoie (par 105) au moins 99% des liquides sortant  
de l'absorbeur, vers l'entrée de cet absorbeur; et  
- on régule la purge (106) de l'absorbeur, afin qu'elle  
contienne une fraction comprise entre 1 et 5%, en poids, de  
l'acide chlorhydrique introduit dans l'absorbeur, ainsi qu'une  
fraction supérieure à 80%, de préférence à 90%, de l'ammo-  
niac introduit dans l'absorbeur.



La présente invention concerne un procédé d'épuration de gaz de combustion contenant de l'acide chlorhydrique et de l'ammoniac.

5 Les gaz de combustion, par exemple ceux issus de la combustion de déchets ménagers, industriels ou hospitaliers, contiennent souvent de l'acide chlorhydrique et peuvent contenir de l'ammoniac, soit intrinsèquement, soit parce qu'en vue d'un traitement, lors de la combustion  
10 ou postérieur à la combustion, de l'ammoniac ou un dérivé susceptible de générer de l'ammoniac a été utilisé.

Cet ammoniac résiduel, pouvant atteindre la concentration de  $100\text{mg}/\text{Nm}^3$ , pose un problème en général et plus particulièrement dans le cas de l'emploi de laveurs  
15 humides. L'ammoniac est un gaz très soluble dans l'eau, et la totalité de cet ammoniac va être captée par les laveurs utilisés, ce qui conduit à générer une purge contenant cet ammoniac, usuellement sous la forme d'ion ammonium.

Cet azote minéral est alors présent à une  
20 concentration trop importante pour pouvoir être rejeté, et sa présence complique le traitement d'eau, ce qui handicape économiquement les solutions mettant en œuvre des laveurs humides.

La présence de cet ammoniac, en une concentration qui  
25 excède souvent les limites imposées pour le rejet des effluents, oblige à une récupération ou à une destruction de cet ammoniac avant le rejet.

Plusieurs solutions sont possibles. Ainsi, un traitement biologique de nitrification-dénitrification peut  
30 être réalisé, mais ce procédé est complexe, et s'accommode mal de variations brutales de la composition des effluents.

Une désorption, ou stripping, après adjonction d'un alcalin comme la soude ou la chaux pour élever le pH est possible, mais est complexe et engendre de nombreuses

difficultés supplémentaires, comme la précipitation parasite des sels, qu'il convient de gérer. En sus, la neutralisation complète de ces purges, nécessaire avant le stripping, implique l'utilisation d'une quantité d'agent  
5 alcalin importante, puisqu'il faut d'abord neutraliser tout l'acide avant de commencer à élever le pH.

La présente invention vise à remédier à ces inconvénients.

A cet effet, elle a pour objet un procédé d'épuration  
10 de gaz de combustion contenant de l'acide chlorhydrique et de l'ammoniac, caractérisé en ce qu'il comprend les étapes suivantes :

- on introduit les gaz dans un absorbeur, alimenté par une solution concentrée d'acide chlorhydrique,  
15 dont la teneur est comprise entre 9 et 16% en poids, de préférence comprise entre 12 et 15% en poids ;

- on dirige vers l'absorbeur une quantité d'eau d'appoint, représentant en poids de 6 à 15% des gaz  
20 introduits, de manière à évaporer au moins partiellement cette eau d'appoint dans l'absorbeur ;

- on renvoie au moins 99% des liquides sortant de l'absorbeur, vers l'entrée de cet absorbeur ; et

- on régule la purge de l'absorbeur, afin qu'elle  
25 contienne une fraction comprise entre 1 et 5%, en poids, de l'acide chlorhydrique introduit dans l'absorbeur, ainsi qu'une fraction supérieure à 80%, de préférence à 90%, en poids, de l'ammoniac introduit dans l'absorbeur

Selon d'autres caractéristique de l'invention :

- l'absorbeur est du type à film tombant, à film  
30 grim pant, par pulvérisation ou à garnissage ;

- on alimente une unité de désorption, ou stripping, au moyen de la purge de l'absorbeur, après dilution et adjonction d'un alcali, et l'ammoniac récupéré est renvoyé vers un four ;

- on alimente une unité d'échange d'ions au moyen de la purge de l'absorbeur, après dilution et adjonction d'un alcali, et l'ammoniac récupéré est renvoyé vers un four ;

5 - on renvoie la purge de l'absorbeur directement vers un four, de manière à la brûler.

L'invention va être décrite en référence à la figure unique, qui est une vue schématique illustrant une installation pour la mise en œuvre du procédé de  
10 l'invention.

Les gaz 102, issus de la combustion conduite dans un four 1, contiennent de l'acide chlorhydrique HCl à une concentration comprise entre 400 et 6000mg/Nm<sup>3</sup> de gaz sec, et de l'ammoniac à une concentration comprise entre 2 et  
15 100mg/Nm<sup>3</sup> de gaz sec, de préférence entre 10 et 50mg/Nm<sup>3</sup>.

Ces gaz sont alimentés à une unité d'absorption, ou absorbeur 2, dans laquelle les gaz sont mis en contact avec un liquide d'absorption 105, qui réalise la double fonction de rabaisser la température des gaz à une valeur comprise  
20 entre 50 et 75°C, et de capter une faible fraction, n'excédant pas 5%, de l'acide chlorhydrique, ainsi qu'au moins 80% de l'ammoniac. Ces fractions correspondent aux pourcentages massiques d'acide chlorhydrique et d'ammoniac, présents dans les gaz introduits dans l'absorbeur par la  
25 ligne 102.

Les gaz non épurés contenant une forte teneur en acide chlorhydrique, une partie de l'ammoniac pourra être présente sous forme de chlorure d'ammonium. Dans le présent exposé, on appelle ammoniac l'ensemble constitué par  
30 l'ammoniac NH<sub>3</sub> et le chlorure d'ammonium NH<sub>4</sub>Cl.

De façon à pouvoir réaliser cette captation sélective de l'ammoniac, sans trop capter d'acide chlorhydrique, on est amené à recycler plus de 99% du liquide sortant de l'unité 2, de façon à amener la concentration en acide

chlorhydrique dans le flux 104 à au moins 9% en poids, de préférence à au moins 12%.

Une très faible partie 106, représentant moins de 1% du débit de l'acide concentré 104, est évacuée en dehors du procédé, tandis que la partie 105 est renvoyée vers l'absorbeur 2. Il convient de noter que l'unité 2 combine les fonctions d'une trempe, ou quench, ainsi que d'un laveur.

Cette unité 2 pourra, par exemple, être un absorbeur à film tombant, un absorbeur à film grim pant, une colonne garnie, une gaine contenant des pulvérisateurs ou tout autre appareil permettant de combiner les fonctions de trempe et d'absorbeur. La purge 106 pourra être évacuée de manière continue du procédé, ou bien de manière semi-continue.

Le processus de trempe consommant de l'eau, un appoint d'eau 103 est amené à cette unité 3 de façon à compenser l'évaporation réalisée par l'absorbeur 2. Cet appoint d'eau représente entre 6 et 15%, en masse, des gaz alimentés par 102. Il dépend de l'humidité déjà présente dans les gaz et de leur température. Un bilan typique, donné uniquement à titre d'exemple non limitatif, est présenté ci-dessous.

Flux	102	107	103	106
Température	210°C	70°C	20°C	70°C
Débit total	82328kg/h	87700 kg/h	5350 kg/h	22 kg/h
H <sub>2</sub> O	8090 kg/h	13420 kg/h	5350 kg/h	16.9 kg/h
NH <sub>3</sub> (exprimé NH <sub>3</sub> )	2.4 kg/h	0.12 kg/h	- traces -	2.28 kg/h
HCl	75 kg/h	72.2 kg/h	- traces -	2.8 kg/h

Le débit de purge 106 est régulé de façon à maintenir une concentration d'acide chlorhydrique au moins égale à 9% en poids, tout en limitant la quantité présente dans ce

flux à au plus 5% de la quantité d'acide présente dans les gaz 102.

Les gaz 107, épurés de la majeure partie de l'ammoniac, sont alimentés dans un ou plusieurs laveurs 3.  
5 Les gaz 108 épurés par ces laveurs sont rejetés à l'atmosphère par une cheminée 4. La purge 109, générée par les laveurs, est ensuite soit envoyée à un traitement d'eau, soit évaporée.

Le fait d'opérer l'unité 2, de façon à capter au plus  
10 5% de l'acide chlorhydrique, permet d'obtenir une purge 109 qui contiendra toujours la majeure partie des chlorures et qui sera sensiblement débarrassée de l'azote minéral, usuellement présent sous forme d'ammoniac ou d'ions ammonium. Ainsi, le procédé de traitement de la purge 109,  
15 qui peut être un traitement d'eau, est grandement facilité du fait de la forte réduction de cet azote minéral.

Le flux 106 contient l'ammoniac captée par l'unité 2, sous forme de chlorure d'ammonium. D'une manière optionnelle, non représentée sur la figure, cet ammoniac  
20 contenu dans cette purge 106 sera récupéré par exemple par désorption, ou stripping, après dilution et adjonction d'un alcali comme la soude ou la chaux, ou bien par échange d'ions après dilution, afin d'être retournée au four 1. Ceci améliore encore l'économie du système, réduisant de  
25 manière importante la quantité de réactif frais dirigé vers le four.

Toujours d'une manière optionnelle, non représentée sur la figure, le flux 106 peut être renvoyé directement au four, de façon à y être incinéré avec les autres déchets  
30 brûlés par ce four.

REVENDEICATIONS

1. Procédé d'épuration de gaz de combustion contenant  
5 de l'acide chlorhydrique et de l'ammoniac, caractérisé en  
ce qu'il comprend les étapes suivantes :

- on introduit (par 102) les gaz dans un  
absorbeur (2), alimenté (par 105) par une solution  
concentrée d'acide chlorhydrique, dont la teneur est  
10 comprise entre 9 et 16% en poids, de préférence comprise  
entre 12 et 15% en poids ;

- on dirige vers l'absorbeur (2) une quantité  
d'eau d'appoint, représentant en poids de 6 à 15% des gaz  
introduits (par 102), de manière à évaporer au moins  
15 partiellement cette eau d'appoint dans l'absorbeur ;

- on renvoie (par 105) au moins 99% des liquides  
sortant de l'absorbeur, vers l'entrée de cet absorbeur ; et

- on régule la purge (106) de l'absorbeur, afin  
qu'elle contienne une fraction comprise entre 1 et 5%, en  
20 poids, de l'acide chlorhydrique introduit (par 102) dans  
l'absorbeur (2), ainsi qu'une fraction supérieure à 80%, de  
préférence à 90%, en poids, de l'ammoniac introduit (par  
102) dans l'absorbeur (2).

2. Procédé selon la revendication 1, dans lequel  
25 l'absorbeur (2) est du type à film tombant, à film  
grimpeur, par pulvérisation ou à garnissage.

3. Procédé selon la revendication 1 ou 2, dans lequel  
on alimente une unité de désorption, ou stripping, au moyen  
de la purge (106) de l'absorbeur (2), après dilution et  
30 adjonction d'un alcali, et dans lequel l'ammoniac récupéré  
est renvoyé vers un four (1).

4. Procédé selon la revendication 1 ou 2, dans lequel  
on alimente une unité d'échange d'ions au moyen de la purge  
(106) de l'absorbeur (2), après dilution et adjonction d'un

alcali, et dans lequel l'ammoniac récupéré est renvoyé vers un four (1).

5. Procédé selon la revendication 1 ou 2, dans lequel on renvoie la purge (106) de l'absorbeur directement vers un four, de manière à la brûler.

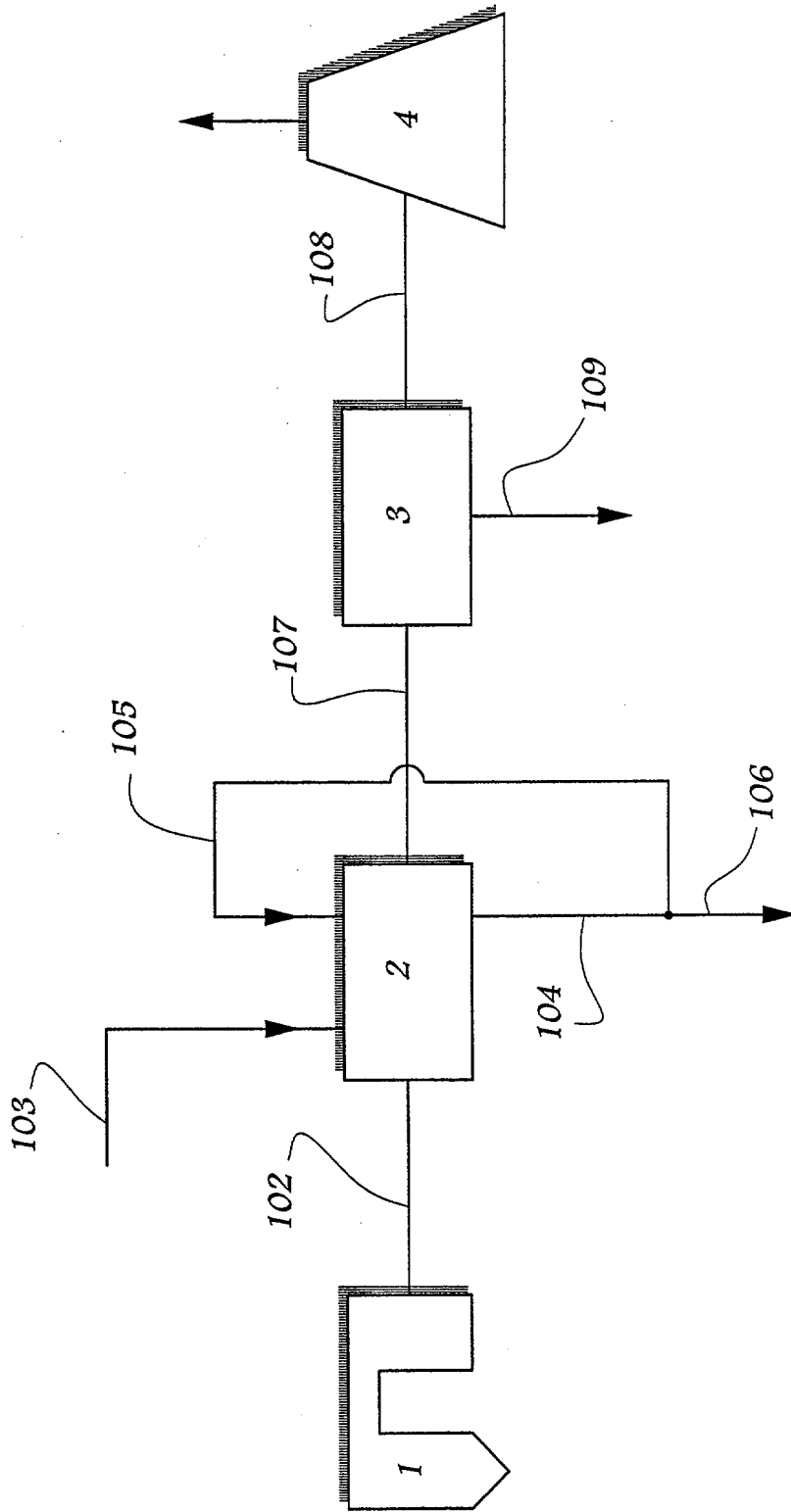


Figure unique

**RAPPORT DE RECHERCHE  
PRÉLIMINAIRE**

établi sur la base des dernières revendications  
déposées avant le commencement de la recherche

FA 609664  
FR 0111802

DOCUMENTS CONSIDÉRÉS COMME PERTINENTS		Revendication(s) concernée(s)	Classement attribué à l'invention par l'INPI
Catégorie	Citation du document avec indication, en cas de besoin, des parties pertinentes		
A	US 4 374 811 A (DUNGS HORST ET AL) 22 février 1983 (1983-02-22) * le document en entier * ----	1-5	B01D53/18 B01D3/00 B01D53/73
A	US 4 002 565 A (CRAIG JAMES A ET AL) 11 janvier 1977 (1977-01-11) * le document en entier * ----	1-5	
A	PATENT ABSTRACTS OF JAPAN vol. 009, no. 071 (C-272), 30 mars 1985 (1985-03-30) & JP 59 203627 A (TSUKISHIMA KIKAI KK), 17 novembre 1984 (1984-11-17) * abrégé * -----		
			<b>DOMAINES TECHNIQUES RECHERCHÉS (Int.CL.7)</b>
			B01D F23J
Date d'achèvement de la recherche		Examineur	
28 mai 2002		Gruber, M	
CATÉGORIE DES DOCUMENTS CITÉS		T : théorie ou principe à la base de l'invention	
X : particulièrement pertinent à lui seul		E : document de brevet bénéficiant d'une date antérieure	
Y : particulièrement pertinent en combinaison avec un autre document de la même catégorie		à la date de dépôt et qui n'a été publié qu'à cette date de dépôt ou qu'à une date postérieure.	
A : arrière-plan technologique		D : cité dans la demande	
O : divulgation non-écrite		L : cité pour d'autres raisons	
P : document intercalaire		.....	
		& : membre de la même famille, document correspondant	

1

**ANNEXE AU RAPPORT DE RECHERCHE PRÉLIMINAIRE  
RELATIF A LA DEMANDE DE BREVET FRANÇAIS NO. FR 0111802 FA 609664**

La présente annexe indique les membres de la famille de brevets relatifs aux documents brevets cités dans le rapport de recherche préliminaire visé ci-dessus.  
Les dits membres sont contenus au fichier informatique de l'Office européen des brevets à la date du 28-05-2002  
Les renseignements fournis sont donnés à titre indicatif et n'engagent pas la responsabilité de l'Office européen des brevets, ni de l'Administration française

Document brevet cité au rapport de recherche	Date de publication	Membre(s) de la famille de brevet(s)	Date de publication
US 4374811 A	22-02-1983	DE 2940412 A1 AU 6296180 A	30-04-1981 16-04-1981
US 4002565 A	11-01-1977	CA 1080663 A1 JP 1128632 C JP 52026761 A JP 57015955 B	01-07-1980 24-12-1982 28-02-1977 02-04-1982
JP 59203627 A	17-11-1984	JP 1702321 C JP 3069571 B	14-10-1992 01-11-1991