

⑲ RÉPUBLIQUE FRANÇAISE
INSTITUT NATIONAL
DE LA PROPRIÉTÉ INDUSTRIELLE
PARIS

⑪ N° de publication : **2 540 739**
(à n'utiliser que pour les
commandes de reproduction)

⑳ N° d'enregistrement national : **83 02208**

⑤① int Cl³ : B 01 D 3/08, 3/06.

⑫ **DEMANDE DE BREVET D'INVENTION**

A1

⑳ Date de dépôt : 11 février 1983.

③① Priorité

④③ Date de la mise à disposition du public de la
demande : BOPI « Brevets » n° 33 du 17 août 1984.

⑥① Références à d'autres documents nationaux appa-
rentés :

⑦① Demandeur(s) : *ELF FRANCE.* — FR.

⑦② Inventeur(s) : André Ciais et Gilles Variot.

⑦③ Titulaire(s) :

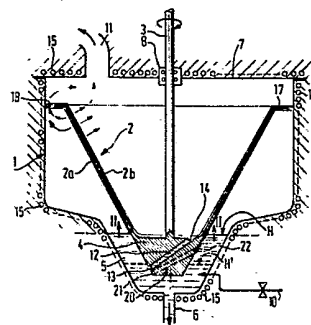
⑦④ Mandataire(s) : Marc-Roger Hirsch.

⑤④ Dispositif et installations pour la distillation par évaporation en couches minces, en particulier pour hydrocarbures, et procédé de mise en œuvre de ce dispositif.

⑤⑦ La présente invention a pour objet un procédé d'évaporation de liquide en couche mince, dans lequel on forme la couche mince à évaporer par centrifugation.

Il est caractérisé en ce qu'on plonge la partie de pointe 4 dudit cône dans une réserve de liquide 5 à évaporer et on établit une communication entre la face externe de ladite partie de pointe du cône et la face interne de ce cône, pour que la couche mince soumise à évaporation se forme sur la face interne 2*b* et sur la face externe 2*a* du cône.

Elle se rapporte à un dispositif et installation pour la distillation par évaporation en couches minces, en particulier pour hydrocarbures, et procédé de mise en œuvre de ce dispositif.



FR 2 540 739 - A1

D

DISPOSITIFS ET INSTALLATIONS POUR LA DISTILLATION PAR EVAPORATION
EN COUCHES MINCES, EN PARTICULIER POUR HYDROCARBURES, ET PROCEDE
DE MISE EN OEUVRE DE CE DISPOSITIF

5 La présente invention se rapporte à un procédé d'évaporation en
couches minces, applicable notamment à la déshydratation de produits orga-
niques ou minéraux, en particulier des pétroles bruts lourds. Ce procédé
est aussi utilisable pour la purification de produits thermosensibles,
pour le dégazage de produits pétroliers issus de craquage, pour la sépa-
10 ration d'émulsions très stables.

L'invention vise également des dispositifs ou installations permet-
tant la mise en oeuvre de ce procédé.

On connaît déjà des appareils à film tombant raclé ou non et à
condensation axiale ou extérieure.

15 Ces appareils ne permettent pas, à encombrement réduit, d'obtenir
des débits importants, l'épuisement du résidu n'est total que pour des ren-
dements faibles en distillat. Pour des rendements élevés, soit l'alimenta-
tion est réduite, soit le premier résidu partiellement concentré doit être
pompe et envoyé en alimentation pour subir une seconde évaporation.

20 On connaît aussi des appareils à rotor dits "centrifuges". Ces ap-
pareils sont, le plus souvent, chauffés au moyen de résistances électriques,
ce qui impose une circulation constante en produit sur sa surface pendant les
phases de mise en condition de température. Un seul appareil ne permet de
recirculation de résidu que par interruption de l'alimentation ou par mé-
25 langeage avec la charge.

Par rapport aux appareils connus, la mise en oeuvre du procédé selon
l'invention permet une amélioration notable du rendement.

Le procédé selon l'invention pour l'évaporation de liquide en cou-
che mince, procédé dans lequel on forme la couche mince sur l'une des sur-
30 faces d'un cône creux pointe en bas et ouvert vers le haut, en rotation autour de son axe

vertical, dans une enceinte sensiblement cylindrique, est caractérisé en ce qu'on plonge la partie de pointe dudit cône dans une réserve de liquide à évaporer et on établit une communication entre la face externe de ladite partie de pointe du cône et la face interne de ce cône, pour que la couche
5 mince soumise à évaporation se forme sur la face interne et sur la face externe du cône. On obtient un doublement de la surface d'évaporation.

L'invention propose également un dispositif pour la mise en oeuvre de procédés comprenant une enceinte de forme généralement cylindrique fermée, d'axe vertical, et au moins un cône creux pointe en bas et ouvert vers le haut, entraî-
10 né en rotation autour de son axe, qui est aussi celui de l'enceinte, le fond de cette enceinte ménageant une cuvette pour une réserve de liquide à évaporer, caractérisé en ce que la partie de pointe dudit cône, qui est pleine, est immergée dans la réserve de liquide remplissant ladite cuvette jusqu'à un niveau maintenu constant par des moyens appropriés et en ce qu'au moins un
15 canal de communication s'ouvrant en-dessous dudit niveau, dans la face externe de cette partie de pointe, traverse cette dernière et débouche dans l'espace intérieur du cône, établissant ainsi la communication entre une face extérieure de la partie de pointe du cône et la face interne de ce cône, des moyens d'évacuation des vapeurs étant ménagés à la partie supé-
20 rieure de l'enceinte, tandis que des moyens d'alimentation en liquide à évaporer sont prévus en partie basse de l'enceinte.

Chaque canal de communication présente un parcours ascendant entre son ouverture dans la face externe du cône et son débouché vers la face interne, ce parcours étant en outre orienté de manière que, lors de la
25 rotation du cône, l'ouverture du canal précède le débouché de ce canal dans le passage de cette ouverture, puis de ce débouché par un plan radial fixe quelconque.

Le dispositif est appliqué à la construction d'installation de distillation "flash", ou de rectification notamment, comme cela sera montré
30 par la suite.

Les caractéristiques et avantages de l'invention ressortiront d'ailleurs mieux à la description suivante, donnée uniquement à titre d'exemple en référence aux dessins annexés dans lesquels:

- la figure 1 est une vue schématique, en coupe, d'une forme de réalisation du dispositif d'évaporation selon l'invention, comportant un cône unique, et destinée, par exemple, à une distillation "flash", avec une enceinte isotherme;

- la figure 2 est une coupe selon la ligne II-II de la figure 1;
- la figure 3 est une vue schématique d'une installation de distillation flash selon l'invention comportant trois cônes analogues à celui de la figure 1, comportant une enceinte isotherme;
- la figure 4 est une vue schématique d'une installation de distillation fractionnée, avec une enceinte calorifugée.

5
10 Dans la forme de réalisation choisie et représentée à la figure 1, le dispositif selon l'invention comprend dans une enceinte 1 de forme générale cylindrique un cône creux 2 ouvert vers le haut et mis en rotation par des moyens non représentés autour d'un arbre 3 d'axe vertical.

A sa partie inférieure, l'enceinte 1 ménage autour de la partie de pointe 4 du cône, qui peut être tronquée et qui est pleine, une cuvette 5 de réception de liquide du fond de laquelle part une canalisation de souti-
15 rage 6.

Des moyens, non représentés ici, sont prévus pour assurer dans la cuvette 5, le maintien du liquide recueilli à un niveau constant H. Un couvercle 7 ferme de manière étanche à sa partie supérieure l'enceinte 1, traversé par l'arbre 3, grâce à un palier d'étanchéité 8.

20 Un conduit d'alimentation 10 en liquide à évaporer débouche dans la cuvette 5 de l'enceinte 1 vers le fond de celle-ci.

Dans le couvercle 7 s'ouvre un conduit 11 d'évacuation des vapeurs, aboutissant à des moyens de condensation non représentés.

25 Grâce à un bon isolement thermique et à des conduites 15 parcourues par un fluide de régulation thermique, l'enceinte 1, fermée par le couvercle 7 est maintenue à une température constante choisie.

Selon une caractéristique de l'invention, au moins un canal de communication 12 (trois dans cet exemple comme indiqué à la figure 2), ménagé obliquement dans la partie de pointe 4, met en relation la face extérieure du cône avec l'espace intérieur à celui-ci; ce canal 12 s'ouvre en 13 sur
30 la face extérieure 2a du cône en-dessous du niveau H dans la cuvette 5 et s'élève selon un parcours rectiligne ou incurvé dans la partie inférieure pleine 4 du cône pour déboucher en 14 dans l'espace intérieur de celui-ci, au dessus du point H, en regard de la face interne 2b de celui-ci.

35 A sa partie supérieure, la paroi du cône se termine par une collerette 17 dirigée radialement vers l'extérieur. La vitesse de rotation du cône autour de son axe doit être suffisante pour que la force centrifuge en-dessous du niveau H soit supérieure aux forces de gravité de viscosité et

de tension superficielle exercées sur le liquide.

Quant au sens de rotation, il est tel que le liquide soit, grâce à l'orientation des canaux 12, aspiré à l'intérieur de ceux-ci par cette rotation (fig. 2). Dans ce but, l'entrée basse 13 du canal passe par un plan radial fixe quelconque avant la sortie haute 14 de ce même canal, au cours de la rotation du cône.

Dans ces conditions, il se forme deux couches minces de liquide, l'une au contact de la face 2a directement au contact du liquide contenu dans la cuvette 5, l'autre au contact de la face 2b, par amène de liquide au moyen de chaque canal 12, plongé dans cette même cuvette. Ces faces peuvent avantageusement être rendues rugueuses, par exemple par sablage, ou comporter des cannelures.

Le mélange à traiter est amené, chauffé à la température de flash en 10 dans la cuvette 5 où se trouve placée la pointe du cône. Lorsque l'immersion de la pointe du cône est suffisante, la rotation du cône assure la montée du liquide et son étalement en couches minces sur les faces interne et externe du cône, où se produit une évaporation. La formation de couches minces à partir de ce mélange qui peut être, par exemple, un brut lourd de pétrole, provoque instantanément, sur les surfaces du cône, l'évaporation sans ébullition des constituants du mélange pour lesquels les conditions de température et de pression absolue sont réunies et maintenues constantes, dans l'enceinte d'évaporation 1, par des moyens appropriés non représentés.

Les vapeurs produites sont condensées, en continu, à l'extérieur de l'enceinte d'évaporation par des moyens appropriés, et stockés dans une recette ou éliminées en continu par pompage par la canalisation 11.

La phase liquide (non évaporée) est centrifugée le long de la collette 17 du cône ouvert 2 sur la surface intérieure de l'enceinte thermostatée, sous forme d'une nappe radiale 18, et ruisselle jusqu'à la cuvette 5.

C'est afin de conserver l'équilibre thermique désiré, qu'il est nécessaire de thermostatier l'enceinte réceptrice des liquides à la température du flash considéré.

Lorsque le niveau de liquide contenu dans l'enceinte est au maximum ci-dessous défini, on évite qu'il continue à monter par un soutirage en continu en 6. Le débit de soutirage est soumis à la mesure du niveau liquide H, laquelle est obtenue par la mesure de la perte de charge engendrée par cette colonne de liquide.

La mesure du débit de soutirage est effectuée par exemple par un tachymètre installé sur la pompe à engrenage assurant le maintien du niveau.

Selon ce mode de mise en oeuvre du procédé, les deux faces du cône sont utilisées et permettent, d'une part un débit d'alimentation important pour un encombrement minimum, et, d'autre part une recirculation à un débit très grand de la phase liquide permettant ainsi un épuisement quasi total en un temps d'opération très court.

Le rendement de l'unité est réglé automatiquement, à son niveau optimal par le système numérique qui gère le pilotage des pompes à engrenages de façon à établir le débit maximum de charge tout en conservant le débit maximum de distillat, c'est-à-dire en se tenant toujours légèrement en-dessous du débit d'engorgement.

Dans une application du procédé à la déshydratation de brut lourd, contenant 15% d'eau, on a utilisé un matériel ayant les caractéristiques suivantes:

	. cône ayant un angle de	60° au sommet
	. hauteur totale du cône	245 mm
	. hauteur du cône plein	40 mm
	. diamètre des 3 canalisations 13	6 mm
20	. diamètre d'ouverture	250 mm
	. épaisseur de la paroi	2 mm
	. vitesse de rotation	450 tr/mn

enceinte maintenue à 150°C avec un préchauffage à 80-95°C de la masse traitée.

Dans cet exemple, le débit d'alimentation était d'environ 15 l/h.

Le volume de rétention, maintenu dans la cuvette 5 était d'environ 150 ml.

Le cône était enfoncé d'environ 40 mm dans le liquide, profondeur suffisante pour que se produise l'effet d'entraînement recherché.

Il est intéressant de noter que les vapeurs provenant de la face extérieure du cône doivent, pour être évacuées, traverser la nappe radiale 18, ce qui favorise la séparation gaz-liquide avec un effet d'enrichissement du liquide résiduel.

Le dispositif de la figure 1 peut faire l'objet d'une variante.

A côté des canaux 12, mettant en communication l'extérieur du cône 2 avec l'espace intérieur de celui-ci, on ménage au moins une lumière oblique 20, disposée par exemple en-dessous d'un canal 12, traversant de

part en part la partie de pointe pleine 4 du cône avec, les mêmes conditions d'orientation que les canaux 12 par rapport au sens de rotation du cône pour l'entrée basse 21 et la sortie haute 22 de cette lumière, au dessus du point H.

5 Le liquide prélevé en 21 est pompé par la lumière 20 et amené sur la face extérieure 2a du cône.

On peut ainsi obtenir un fonctionnement satisfaisant du dispositif en abaissant le niveau H du liquide dans la cuvette 5 à un niveau inférieur H' sous la réserve que les orifices d'entrée 13 et 21 dans canaux 12 et lumières 20 soient en-dessous de ce niveau H', et aussi que la force centrifuge exercée au niveau de 22 sur la couche liquide de la paroi 2a soit supérieure aux forces de viscosité, de gravité et de tension superficielle.

Pour le maintien du niveau constant entre H et H', assurant une garde hydraulique, on peut avoir recours à tout moyen approprié : siphon, 15 régulation de contrôle commandé par exemple par détermination du débit d'alimentation et du débit de soutirage et action sur le débit des pompes d'alimentation et de soutirage.

Dans le dispositif selon l'invention, le temps de séjour du liquide traité sur la surface d'évaporation est accru, ce qui équivaut à un multi- 20 passage avec ses avantages.

Par ailleurs, le volume de la phase alimentée par rapport au volume circulant est faible et ainsi l'incidence sur l'installation du refroidissement dû à la détente est réduite.

En outre, la phase gazeuse par charge est augmentée, tandis que la 25 consommation énergétique est réduite.

On peut naturellement disposer sur un même arbre tournant d'une même enceinte, plusieurs dispositifs à cône selon l'invention pour constituer des installations assurant de plus grands débits, et permettant ainsi d'éviter la réalisation, délicate, de cônes de grands diamètres, et qui sont 30 encombrants.

Comme le montre la figure 3, on peut superposer plusieurs cônes, par exemple trois, alimentés en parallèle. L'alimentation sur les deux faces des cônes se fait grâce à un arbre creux 30, d'où partent vers les faces des cônes, des canaux 12 et lumières 20, comme précédemment décrit. La recirculation du liquide se fait en conduite forcée dans l'arbre creux 103 au moyen 35 d'une pompe 31, alimentée en 32 par une charge chauffée, à une pression telle que la perte de charge due à la hauteur de liquide (longueur de la partie creuse de l'arbre) soit négligeable.

Les vapeurs produites sont acheminées par des tuyères 11a, 11b, 11c, 40 à chaque étage de cône, vers un condenseur non représenté.

Le dispositif à cône selon l'invention peut aussi être utilisé
avantageusement pour des installations de fractionnement, aussi bien en
rectification qu'en épauement.

5 Il s'agit du remplacement de plateaux à trous, à cloche, à clapet
ou tout autre système de plateaux réels, par des étages de cônes tournants
(fig. 4), quatre dans cet exemple, mais leur nombre peut, bien entendu,
être plus grand.

10 L'évaporation a lieu sur chaque face de cône en couche mince, l'é-
change de chaleur et de matière (liquide-gaz) a lieu sur le voile formé
à la périphérie ouverte du cône, entre le moment où le liquide est éjecté
du cône et le moment où il entre en contact avec la paroi de l'enceinte 1,
cette paroi étant calorifugée. Les vapeurs produites sur le cône directement
inférieur viennent en contact avec le film extérieur du cône supérieur en
15 créant un échange par l'échange, puis vont créer un second échange de même
nature avec le voile précité.

Le liquide récupéré sur la paroi de l'enceinte dans des goulottes 32
après échange avec le gaz est pour une partie recyclé sur ce plateau par la
canalisation 34 (vanne 41) et pour l'autre partie est envoyé par une tuyau-
20 terie 33 à la base du cône directement inférieur pour être réparti en deux
films minces sur les faces interne et externe du cône, par les canaux et lu-
mières répartiteurs à perforations tangentielles et subit une évaporation
correspondant aux nouvelles conditions de température et de pression régnant
sur le cône inférieur. Il existe donc un gradient de concentration croissant,
en produits les plus volatiles, entre le pied et la tête de la colonne de dis-
25 tillation fractionnée ainsi créée.

Ce gradient de concentration ne s'accompagne pourtant pas, comme dans
une colonne à plateaux réels classique, d'une perte de charge aussi importan-
te que dans celle-ci. En effet, la perte de charge de la colonne sèche est
pratiquement nulle; la perte de charge n'est créée que par la différence
30 de densité de vapeur des différents produits présents dans la colonne. La
hauteur de liquide que doivent vaincre les vapeurs est, elle aussi, très
réduite puisqu'il s'agit d'un voile liquide dont l'épaisseur est toujours
faible.

Les vapeurs produites par le cône de "tête" de la colonne sont
35 condensées totalement et sont, selon le taux de reflux imposé par le
fonctionnement de l'unité, grâce à un diviseur de reflux 35, pour partie re-
cueillies comme distillat de tête en 36, et pour une autre partie réinjec-
tées en 37 sous le cône de tête.

Le cône de "pied" fonctionne, quant à lui, en tant que rebouilleur

de fond de colonne, comme un mono-cône d'épuisement simple (comme décrit plus haut), le résidu étant évacué en 40.

Ce système permet un fonctionnement soit en continu, soit en discontinu. De plus, des canalisations 34 peuvent être prévues, destinées à assurer un recyclage de la phase liquide (dont le taux est réglé par des vannes 41) sur chaque plateau et ainsi à augmenter la qualité du fractionnement.

Le procédé selon l'invention permet en outre d'effectuer des fractionnements sous des pressions très diverses, en conduisant à de nets avantages sur les procédés connus fonctionnant sous pression réduite.

Bien entendu, l'invention n'est pas limitée aux modes de réalisation décrits et représentés et elle est susceptible de nombreuses variantes accessibles à l'homme de l'art, sans que l'on ne s'écarte de l'esprit de l'invention.

REVENDEICATIONS

1.- Procédé d'évaporation de liquide en couche mince, dans lequel on forme la couche mince à évaporer par centrifugation sur l'une des surfaces d'un cône creux pointe en bas et ouvert vers le haut, en rotation autour de son
5 axe vertical, dans une enceinte sensiblement cylindrique, caractérisé en ce qu'on plonge la partie de pointe (4) dudit cône dans une réserve de liquide (5) à évaporer et on établit une communication entre la face externe de ladite partie de pointe du cône et la face interne de ce cône, pour que la couche mince soumise à évaporation se forme sur la face interne (2b)
10 et sur la face externe (2a) du cône.

2.- Dispositif pour la mise en oeuvre du procédé selon la revendication 1, comprenant une enceinte (1) de forme généralement cylindrique fermée, d'axe vertical, et au moins un cône creux (2) pointe en bas et ouvert vers le haut, entraîné en rotation autour de son axe (3), qui est aussi celui de l'en-
15 ceinte, le fond de cette enceinte ménageant une cuvette (5) pour une réserve de liquide à évaporer, caractérisé en ce que la partie de pointe (4) dudit cône, qui est pleine, est immergée dans la réserve de liquide remplissant ladite cuvette (5) jusqu'à un niveau (H ou H') maintenu constant par des moyens appropriés, et en ce qu'au moins un canal de communication (12)
20 s'ouvrant en-dessous dudit niveau (H, H') dans la face externe de cette partie de pointe, traverse cette dernière et débouche dans l'espace intérieur du cône, établissant ainsi la communication entre la face extérieure de la partie de pointe du cône et la face interne de ce cône, des moyens d'évacuation (11) des vapeurs étant ménagés à la partie supérieure de
25 l'enceinte, tandis que des moyens d'alimentation (10) en liquide à évaporer sont prévus en partie basse de l'enceinte.

3.- Dispositif selon la revendication 2, caractérisé en ce que chaque canal de communication (12) présente un parcours ascendant entre son ouverture (13) dans la face externe du cône et son débouché (14) vers la
30 face interne, ce parcours étant, en outre, orienté de manière que, lors de la rotation du cône, l'ouverture (13) du canal précède le débouché (14) de ce canal dans le passage de cette ouverture, puis de ce débouché par un plan radial fixe quelconque.

4.- Dispositif selon l'une quelconque des revendications 2 et 3, caractérisé en ce que trois canaux de communication (12) sont ménagés dans
35 la partie de pointe (4) du cône (2).

5.- Dispositif selon l'une quelconque des revendications 2 à 4, caractérisé en ce qu'au moins une lumière (20) est ménagée dans la partie

de pointe (4) du cône qu'elle traverse de part en part pour établir une communication entre la région de la face externe du cône située en-dessous du niveau (H') du liquide dans la cuvette et une région de cette même face externe, au-dessus du niveau H.

5 6.- Dispositif selon l'une quelconque des revendications 2 à 5, caractérisé en ce que le bord supérieur du cône 2 comporte une collerette radiale (17), dirigée vers l'extérieur du cône, en direction de la paroi de l'enceinte (1).

10 7.- Dispositif selon l'une quelconque des revendications 2 à 6, caractérisé en ce que les faces du cône présentent des rugosités et/ou des cannelures.

15 8.- Installation d'évaporation comprenant le dispositif selon les revendications 2 à 5, pour la mise en oeuvre du procédé de la revendication 1, notamment pour la distillation "flash" de produits pétroliers, caractérisé en ce que la paroi de l'enceinte (1) et d'un couvercle (7) fermant cette dernière sont équipés de moyens de chauffage (15) pour maintenir leur température constante, des moyens étant en outre prévus pour l'alimentation du liquide à évaporer à une température déterminée.

20 9.- Installation selon la revendication 7, destinée à assurer un plus grand débit, caractérisé en ce que plusieurs cônes (2) sont superposés sur un arbre commun, cet arbre creux (30) comportant un alésage d'où partent les canaux (12) et, le cas échéant, les lumières (20) correspondant à chaque cône, des moyens étant prévus pour l'alimentation sous pression de cet alésage en liquide à évaporer, et des moyens de collecte des vapeurs

25 étant prévus dans la paroi de l'enceinte au-dessus de chaque cône.

30 10.- Installation d'évaporation comprenant le dispositif selon les revendications 2 à 5, pour la mise en oeuvre du procédé selon la revendication 1, notamment pour la distillation et/ou rectification, caractérisé en ce qu'elle comporte plusieurs cônes superposés sur un arbre commun, la partie de pointe de chaque cône étant associée à une cuvette de réception de liquide entourant, de manière étanche ledit arbre, et le bord supérieur de chaque cône, à l'exception du cône inférieur, étant associé à des goulottes de récupération (32) disposées sur la paroi de l'enceinte, des canalisations (33) reliant chaque goulotte associée à un cône à la cuvette du

35 cône inférieur, la cuvette du cône supérieur étant, elle, alimentée par une fraction de liquide provenant d'un séparateur de reflux placé en tête de l'installation.

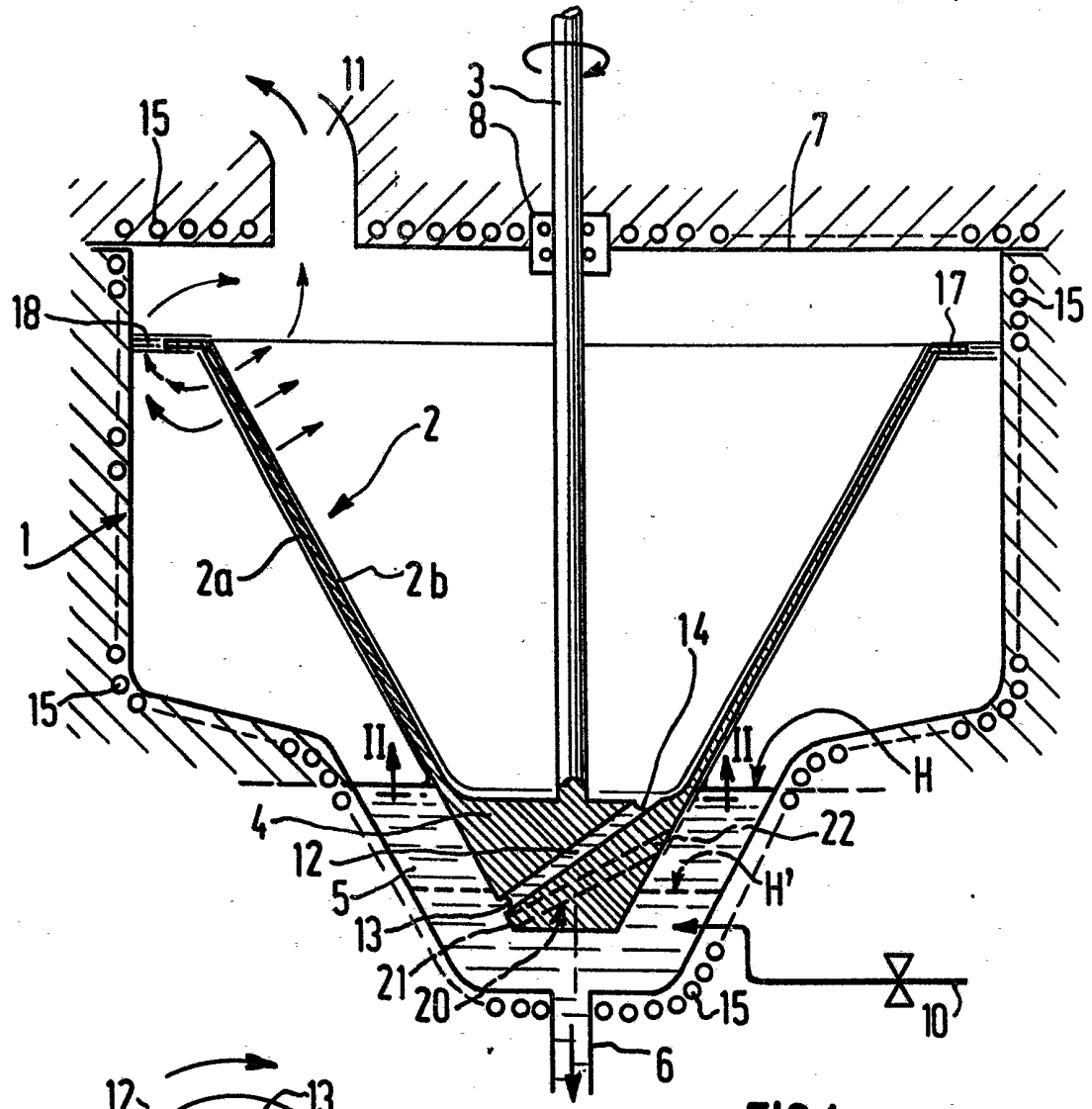


FIG. 1

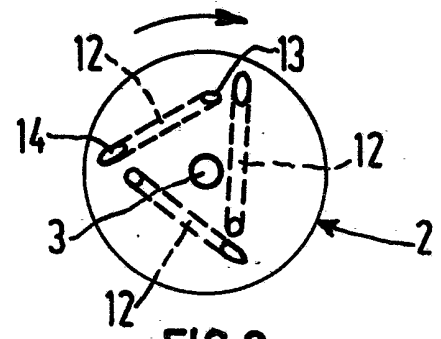
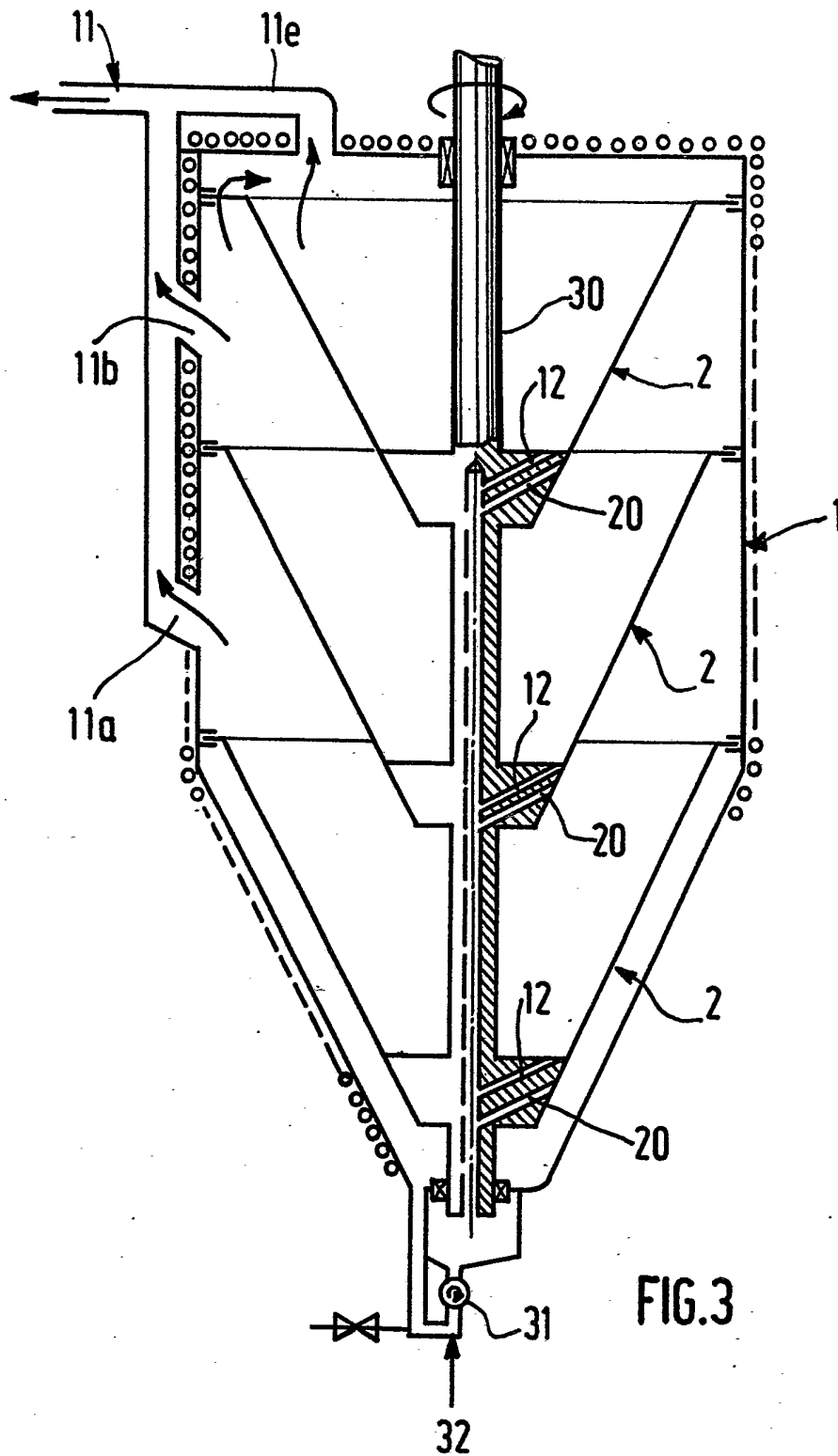


FIG. 2

2/3



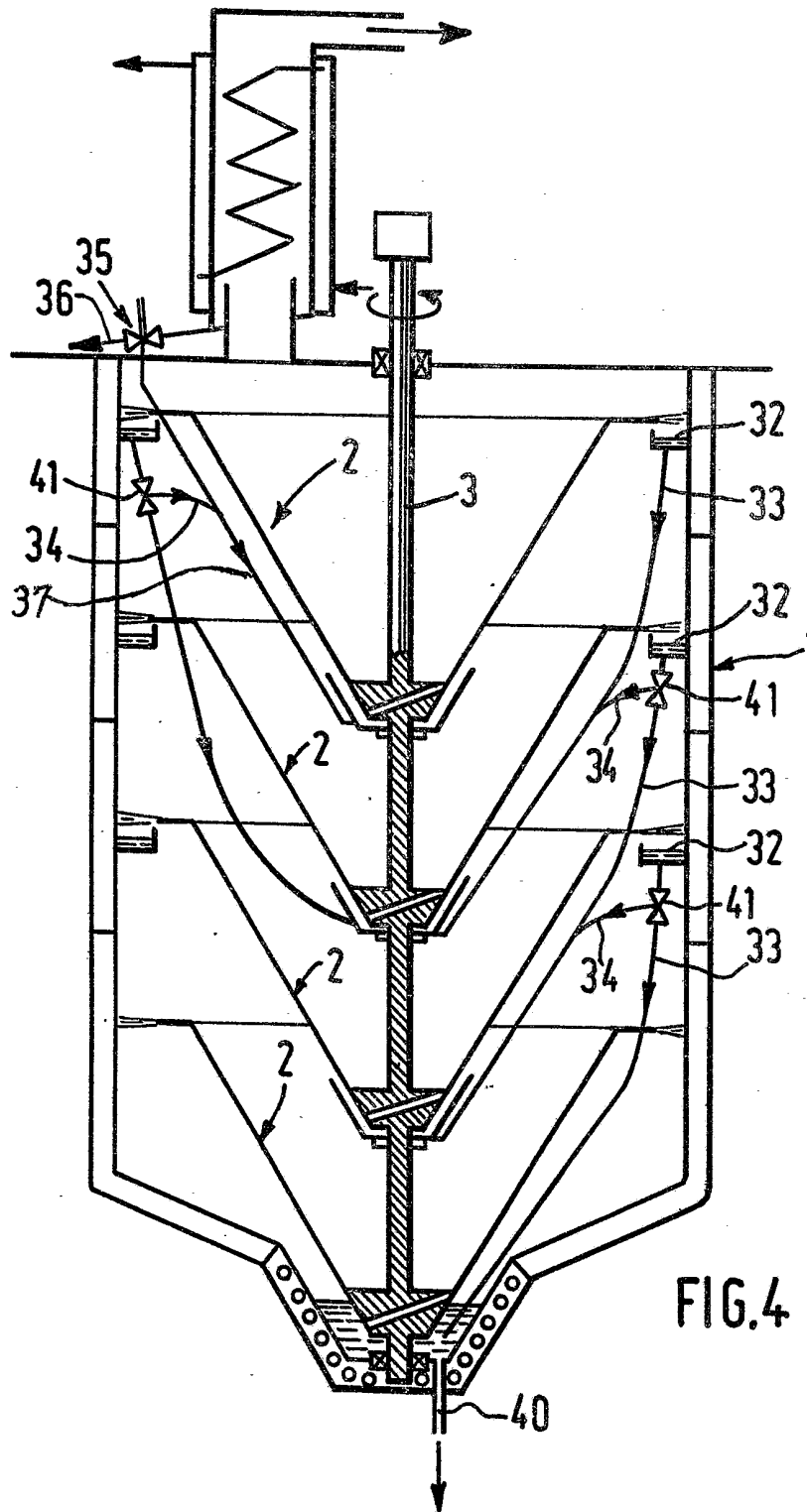


FIG.4