

①9 RÉPUBLIQUE FRANÇAISE
INSTITUT NATIONAL
DE LA PROPRIÉTÉ INDUSTRIELLE
PARIS

①1 N° de publication : **2 686 270**
(à n'utiliser que pour les
commandes de reproduction)

②1 N° d'enregistrement national : **92 00604**

⑤1 Int Cl⁵ : B 01 D 49/00, 47/06, C 01 G 49/10

①2 **DEMANDE DE BREVET D'INVENTION**

A1

②2 Date de dépôt : 21.01.92.

③0 Priorité :

④3 Date de la mise à disposition du public de la
demande : 23.07.93 Bulletin 93/29.

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

⑥0 Références à d'autres documents nationaux
apparentés :

⑦1 Demandeur(s) : *ELF ATOCHEM (S.A.) — FR.*

⑦2 Inventeur(s) : *ELF ATOCHEM (S.A.) et Clair René.*

⑦3 Titulaire(s) :

⑦4 Mandataire : *Elf Atochem S.A. - Neel Henry.*

⑤4 Dispositif pour réduire l'entraînement de vésicules dans un courant d'hydrogène.

⑤7 L'invention concerne un dispositif utile pour réduire
l'entraînement de vésicules provenant d'une cuve d'attaque
de fer par l'acide chlorhydrique dans la préparation du chlo-
rure ferreux.

Le dispositif de l'invention comprend

a) un moyen de dévésiculation traversé par le courant
d'hydrogène et disposé pour obturer en tout ou partie l'ou-
verture de la cuve

b) un moyen pour envoyer de l'air dans la cuve et dis-
posé entre l'ouverture de la cuve et le moyen de dévésicu-
lage

c) le moyen b devant envoyer une quantité d'air telle que
le mélange air-hydrogène soit toujours dans la limite basse
de la zone d'inflammabilité.

FR 2 686 270 - A1



**DISPOSITIF POUR REDUIRE L'ENTRAINEMENT
DE VESICULES DANS UN COURANT D'HYDROGENE**

* * * * *

La présente invention concerne un dispositif pour réduire l'entraînement de vésicules dans un courant d'hydrogène.

L'invention concerne particulièrement les réacteurs ouverts en partie haute ou les cuves d'attaque dans lesquels ont fait réagir un acide sur un métal ou un oxyde pour faire un sel et il se produit un dégagement d'hydrogène. Ces cuves sont disposées à l'extérieur pour que l'hydrogène puisse se dégager facilement sans former de mélanges inflammables ou explosifs. Mais la réaction étant exothermique la solution d'acide contenant le sel est chaude la tension de vapeur est élevée, le dégagement d'hydrogène au sein de cette solution provoque un bouillonnement ce qui conduit à un entraînement de vésicules. Par exemple quand on prépare le chlorure ferreux par attaque de copeaux de fer dans une solution d'acide chlorhydrique le courant d'hydrogène entraîne des vésicules d'une solution aqueuse d'acide chlorhydrique et de chlorure ferreux. Ceci crée une pollution et une forte corrosion due à la présence d'acide chlorhydrique. Par contre puisqu'il n'y a pas de confinement les effets de l'explosion éventuelle du mélange air-hydrogène sont négligeables et se réduisent à des inflammations temporaires.

Le but de l'invention est de réduire l'entraînement de vésicules dans un courant d'hydrogène tout en évitant de créer des mélanges explosifs. Un autre but de l'invention est de pouvoir accéder facilement à la surface de la cuve ou du réacteur pour charger le métal ou l'oxyde.

La présente invention est donc un dispositif pour réduire l'entraînement de vésicules dans un courant d'hydrogène provenant d'une cuve ouverte comprenant

a) un moyen de dévésiculation traversé par le courant d'hydrogène et disposé pour obturer en tout ou partie l'ouverture de la cuve

b) un moyen pour envoyer de l'air dans la cuve et disposé entre l'ouverture de la cuve et le moyen de dévésiculation

c) le moyen b devant envoyer une quantité d'air telle que le mélange air-hydrogène soit toujours dans la limite basse de la zone d'inflammabilité.

Le moyen de dévésiculage a peut être un (i) système de chicanes, (ii) un matelas de fibres communément appelé "matelas dévésiculeur" et qu'on utilise souvent dans la partie haute des colonnes de lavage au dessus du dernier plateau ou du dernier lit de garnissage pour ne pas entraîner de vésicules dans les gaz, ou (iii) tout moyen équivalent.

On peut disposer ce moyen de dévésiculage de toute manière, la plus simple étant de le poser au-dessus de l'ouverture de la cuve comme un couvercle. On peut obturer tout ou partie de l'ouverture de la cuve, avantageusement on obture toute l'ouverture.

Le moyen b peut être un conduit en forme de couronne de distribution disposé sur le bord supérieur de la cuve. Il est alimenté par un tuyau venant d'un ventilateur, et la couronne est percée de trous vers l'intérieur de la cuve pour injecter l'air dans la phase gazeuse de la partie supérieure de la cuve. Sur cette couronne on peut poser le moyen dévésiculeur. Avantageusement le moyen dévésiculeur est simplement posé sur la couronne elle-même fixée sur le rebord de la cuve. Le moyen a peut être en plusieurs parties, ainsi on enlève facilement l'une des parties avec un moyen de levage pour pouvoir ensuite charger la cuve par exemple en métal ou oxydes. On peut utiliser le même moyen de levage pour le moyen dévésiculeur et pour charger le métal ou les oxydes.

L'avantage du moyen de dévésiculage simplement posé est de pouvoir se soulever facilement en cas d'inflammation ou d'explosion du mélange air-hydrogène évitant ainsi les projections de matériaux quand des réservoirs sous pression explosent.

La quantité d'air à envoyer dans la cuve pour que le mélange air hydrogène soit toujours dans la limite basse de la zone d'inflammation se détermine selon les diagrammes habituels d'inflammabilité et d'explosivité. Par exemple si la phase gazeuse de la cuve contient de l'air, de l'hydrogène, de la vapeur d'eau, la température est 42°C et la pression totale 100 hPa alors la quantité d'hydrogène doit être inférieure à

4 % en volume (tant que la vapeur d'eau est inférieure à 60 %). On peut se reporter utilement à l'encyclopédie ULLMANS 5ème édition Volume A13 pages 308 et 309.

La figure 1 représente un mode de réalisation possible du dispositif de l'invention. 1 représente la cuve, 2 une vanne de vidange de la cuve, 3 la phase gazeuse de la cuve dans laquelle arrive l'hydrogène généré dans la phase liquide 4, 5 représente la couronne de distribution d'air de forme torique à section rectangulaire, 6 sont les buses de distribution d'air. 7 et 8 représentent respectivement le ventilateur et la gaine d'arrivée d'air à la couronne 5 ; 10 est le moyen dévésiculeur.

Avantageusement on peut nettoyer en marche le moyen de dévésiculation a par un jet d'eau ou des rampes de pulvérisateurs. On ne sortirait pas du cadre de l'invention si le jet d'eau était un jet alimenté avec de l'acide servant à alimenter la cuve, de même pour les pulvérisateurs.

La demanderesse a découvert qu'on peut réduire fortement l'encrassement du dévésiculeur en chargeant en humidité l'air qu'on envoie pour diluer l'hydrogène.

On peut charger l'air d'humidité en y injectant de l'eau pulvérisée, avantageusement on sature l'air en humidité. Pour être sûr de saturer l'air en humidité on envoie une quantité d'eau en excès. Il peut être nécessaire de recueillir l'excès dans les parties basses des moyens d'injection d'air b pour éviter de diluer la solution de la cuve.

Le dispositif de l'invention est particulièrement utile pour la cuve d'attaque du fer par une solution d'acide chlorhydrique dans un procédé de synthèse de chlorure ferreux. La présente invention est aussi l'application de ce dispositif pour réduire l'entraînement de vésicules de $\text{FeCl}_2\text{-H}_2\text{O-HCl}$ dans cette préparation du FeCl_2 .

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

1. Dispositif pour réduire l'entraînement de vésicules dans un courant d'hydrogène provenant d'une cuve ouverte comprenant

a) un moyen de dévésiculation traversé par le courant d'hydrogène et disposé pour obturer en tout ou partie l'ouverture de la cuve

b) un moyen pour envoyer de l'air dans la cuve et disposé entre l'ouverture de la cuve et le moyen de dévésiculation

c) le moyen b devant envoyer une quantité d'air telle que le mélange air-hydrogène soit toujours dans la limite basse de la zone d'inflammabilité.

2. Dispositif selon la revendication 1 caractérisé en ce qu'il existe une injection d'eau pulvérisée dans le moyen d'injection d'air b.

3. Procédé pour réduire l'entraînement de vésicules dans un courant d'hydrogène provenant d'une cuve d'attaque du fer par une solution d'acide chlorhydrique caractérisé en ce qu'on utilise le dispositif de la revendication 1 ou 2.

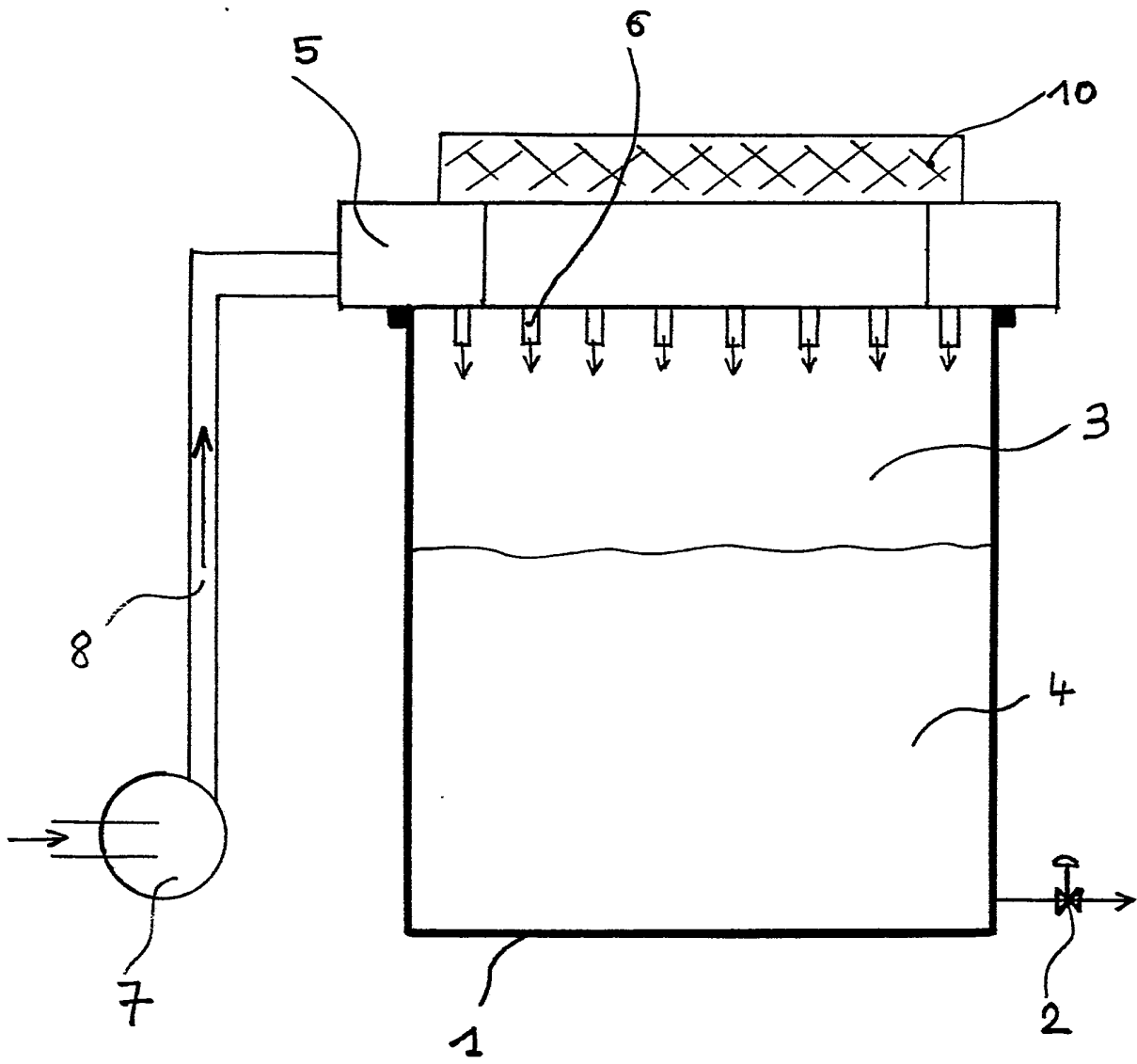


fig 1/1

INSTITUT NATIONAL
de la
PROPRIETE INDUSTRIELLE

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

N° d'enregistrement
national

FR 9200604
FA 466543

DOCUMENTS CONSIDERES COMME PERTINENTS		Revendications concernées de la demande examinée
Catégorie	Citation du document avec indication, en cas de besoin, des parties pertinentes	
A	FR-A-918 659 (J.-J. STAPELLE) * le document en entier * ---	1-3
A	US-A-3 529 931 (O. MOKLEBUST) * revendication 1; figure 1 * ---	1
A	DE-B-2 256 767 (L. & C. STEINMÜLLER GMBH) * revendication 1; figure 1 * -----	1
		DOMAINES TECHNIQUES RECHERCHES (Int. Cl.5)
		B01D C01G C01B
Date d'achèvement de la recherche 27 AOUT 1992		Examineur BERTRAM H. E. H.
<p>CATEGORIE DES DOCUMENTS CITES</p> <p>X : particulièrement pertinent à lui seul Y : particulièrement pertinent en combinaison avec un autre document de la même catégorie A : pertinent à l'encontre d'au moins une revendication ou arrière-plan technologique général O : divulgation non-écrite P : document intercalaire</p> <p>T : théorie ou principe à la base de l'invention E : document de brevet bénéficiant d'une date antérieure à la date de dépôt et qui n'a été publié qu'à cette date de dépôt ou qu'à une date postérieure. D : cité dans la demande L : cité pour d'autres raisons & : membre de la même famille, document correspondant</p>		

1

EPO FORM 1503 03.82 (P04E3)