M
•
693
တ
9
∞
00
0
က
$\mathbf{\alpha}$

19 RÉPUBLIQUE FRANÇAISE

INSTITUT NATIONAL DE LA PROPRIÉTÉ INDUSTRIELLE

COURBEVOIE

11) No de publication :

(à n'utiliser que pour les commandes de reproduction)

21) Nº d'enregistrement national :

13 57093

B1

3 008 693

51) Int Cl⁸: **C 02 F** 11/10 (2013.01)

PROCEDE DE CARBONISATION HYDROTHERMALE OPTIMISE ET INSTALLATION POUR SA MISE EN OEUVRE.

BREVET D'INVENTION

③ Priorité :

Date de dépôt : 18.07.13.

(12)

Références à d'autres documents nationaux apparentés :

Demande(s) d'extension :

71) **Demandeur(s)**: DEGREMONT Société anonyme —

Date de mise à la disposition du public de la demande : 23.01.15 Bulletin 15/04.

Date de la mise à disposition du public du brevet d'invention : 03.05.19 Bulletin 19/18.

Inventeur(s): PARDO PIERRE EMMANUEL et BOURDAIS JEAN-LOUIS.

Liste des documents cités dans le rapport de recherche :

Titulaire(s): SUEZ INTERNATIONAL société par actions simplifiée à associé unique, TERRANOVA ENERGY GMBH société de droit allemand.

Se reporter à la fin du présent fascicule

(74) Mandataire(s): IPAZ.



PROCEDE DE CARBONISATION HYDROTHERMALE OPTIMISE ET INSTALLATION POUR SA MISE EN OEUVRE.

L'invention est relative à un procédé de carbonisation hydrothermale de produits pâteux ou de déchets, ou de boues de station d'épuration, procédé du genre de ceux selon lesquels les produits à traiter sont introduits dans un réacteur sous pression et chauffé à température de carbonisation T0, généralement comprise entre 140°C et 280°C, et les produits à traiter, avant d'être introduits dans le réacteur, subissent les étapes suivantes :

10 - mise en pression,

- préchauffage dans un échangeur, par un fluide thermique qui circule selon une boucle fermée, et qui reçoit de la chaleur en provenance des produits sortant du réacteur.
- Le domaine de l'invention est celui du traitement de produits pâteux ou de déchets notamment ceux qui sont produits au cours du traitement des eaux (boues de stations d'épuration).
- Plus précisément, l'invention concerne un procédé de carbonisation hydrothermale optimisé de produits pâteux en particulier de boues de station d'épuration déshydratées, permettant le traitement de grandes quantités de produits en minimisant les dimensions des équipements et en améliorant la réaction chimique.
- On rappelle que la carbonisation hydrothermale est un procédé qui, en montant en température et en pression un composé organique en phase liquide, vise à induire des réactions chimiques permettant via la libération de molécules de CO₂ et d'augmenter l'hydrophobie du produit organique, ce qui permet par la suite une déshydratation optimale.
- 30 Ce genre de conditionnement thermique a déjà été utilisé pour des composés considérés comme liquides, c'est-à-dire dont la siccité est de l'ordre de 5% ou moins, ce qui induit des consommations thermiques importantes.
- Ce genre de conditionnement thermique a aussi été utilisé pour des composés considérés comme solides, c'est-à-dire des produits pâteux ou des boues ayant

une siccité au moins de l'ordre de 15%, pouvant aller jusqu'à 25 à 30%. Dans cette application, la mise en température est faite de deux manières différentes :

- ⇒ Soit par voie directe par injection de vapeur dans le réacteur.
- ⇒ Soit par voie indirecte par chauffage du réacteur en paroi, c'est-à-dire que le fluide de chauffage circule dans une enveloppe entourant le réacteur.

La voie directe a pour conséquence de diluer le produit, et d'entraîner des coups de bélier si la température initiale du réacteur est trop faible ; de plus pour monter à de fortes températures, notamment supérieures à 200°C, les pressions de vapeurs deviennent très élevées.

La voie indirecte a pour conséquence d'imposer des limites à la taille des réacteurs ; en effet, le transfert thermique ne se faisant que sur la paroi du réacteur alors qu'il faut chauffer le volume intérieur, il y a rapidement une problématique de taille limite au-delà de laquelle on ne chauffe pas suffisamment le produit, notamment la boue ; de plus un brassage intensif est recommandé pour permettre une homogénéisation du produit au travers du réacteur. Enfin la voie indirecte entraîne une stratification de la température dans le sens de la circulation du produit ; le produit organique n'atteint sa température finale qu'en fin de réacteur, ce qui limite le temps de séjour du produit à cette température finale.

Dans un exemple de fonctionnement par cette voie indirecte, un préchauffage du produit à traiter par le produit sortant du réacteur est prévu. Pour cela, une boucle d'huile, constituant un fluide thermique, permet la récupération d'une partie de la chaleur du produit carbonisé en utilisant un échangeur « produit carbonisé chaud/huile », et un échangeur « huile chaude /produit froid à traiter ».

30 Il existe une problématique de l'échangeur.

5

10

15

20

25

35

Pour un produit solide au départ, c'est-à-dire dont la siccité est de l'ordre de 15% au moins, la problématique des coefficients d'échange thermique ainsi que de l'entartrage du produit est importante. C'est pourquoi, selon l'état de la technique, on prévoit deux échangeurs respectivement « produit carbonisé chaud/huile », et

« huile chaude /produit froid à traiter » avec l'huile comme fluide thermique intermédiaire, et non pas un seul échangeur « produit chaud/produit froid » car il ne serait pas possible, dans un échangeur de chaleur tube dans tube concentriques, de bien nettoyer le tube extérieur sujet au dépôt. En outre, le préchauffage du produit organique avant injection dans le réacteur est partiel, et limité à une température, notamment d'environ 90°C, nettement inférieure à celle régnant dans le réacteur pour éviter les entartrages. Le produit n'atteindra la température de carbonisation, dans le réacteur, qu'après un temps de chauffage d'autant plus long que sa température à l'entrée sera basse. De ce fait, les dimensions du réacteur devront être relativement importantes pour assurer dans une première phase le chauffage à température de carbonisation, puis dans une deuxième phase la carbonisation.

L'invention a pour but, surtout, de fournir un procédé de carbonisation hydrothermale qui permet de minimiser le besoin thermique au niveau du réacteur, pour permettre de construire de gros réacteurs non mélangés tout en maîtrisant les problématiques d'exploitabilité des échangeurs.

Les objectifs présentés ci-dessus, ainsi que d'autres qui apparaitront par la suite, sont atteints à l'aide de l'optimisation du procédé de carbonisation hydrothermale.

Selon l'invention, le procédé de carbonisation hydrothermale de produits pâteux ou de déchets, ou de boues de station d'épuration, du genre défini précédemment, est caractérisé en ce que le fluide thermique est chauffé dans la boucle par une source de chaleur externe, en aval de l'échange avec les produits sortant du réacteur, et en amont du préchauffage des produits entrant dans le réacteur, et en ce que la température du produit à traiter, préchauffé par le fluide thermique, à son entrée dans le réacteur est comprise entre la température de carbonisation T0 et T0 – 100°C.

30

5

10

15

20

25

De préférence, la siccité des produits à traiter est comprise entre 15% et 30%.

Avantageusement, le produit à traiter circule dans au moins un tube, y compris dans l'échangeur de préchauffage, jusqu'à son entrée dans le réacteur, et en au

moins un endroit du tube, une injection de liquide est effectuée pour créer un anneau liquide contre la paroi intérieure du tube, et réduire les pertes de charge.

De préférence, le liquide injecté est une solution acide, qui non seulement réduit les pertes de charge, mais aussi évite, ou tout au moins réduit, l'entartrage. L'injection de solution acide peut être effectuée à divers niveaux de l'échangeur de préchauffage, pour contrôler le colmatage de l'échangeur.

5

15

20

Avantageusement la perte de charge de l'échangeur est contrôlée, et en cas d'augmentation de la perte de charge, la quantité de solution acide injectée pour l'anneau liquide est augmentée.

Le coefficient d'échange thermique de l'échangeur est avantageusement contrôlé, et en cas de diminution du coefficient d'échange, la quantité de solution acide injectée pour l'anneau liquide est augmentée.

La pression dans le réacteur est généralement comprise entre 20 et 35 bars. Le fluide thermique est de préférence une huile, mais de l'eau surchauffée pourrait être utilisée.

L'Injection d'acide en « anneau liquide » est effectuée après la mise sous pression de la boue.

Avantageusement, le procédé utilise un réacteur chicané non mélangé, chauffé en paroi, dans lequel le produit circule en flux piston.

Un refroidissement du produit est prévu avant stockage et déshydratation.

L'invention est également relative à une installation pour la mise en œuvre du procédé défini précédemment, comportant :

- un réacteur sous pression et chauffé à température de carbonisation T0, généralement comprise entre 140°C et 280°C,
- une pompe de mise en pression des produits dans une conduite d'alimentation du réacteur,

- un échangeur thermique pour le préchauffage du produit à traiter par un fluide thermique qui circule en boucle fermée et qui reçoit de la chaleur, dans un autre échangeur, en provenance du produit sortant du réacteur,

cette installation étant caractérisée en ce qu'elle comporte une chaudière pour chauffer le fluide thermique de la boucle fermée, en aval de l'échange avec les produits sortant du réacteur, et en amont du préchauffage des produits entrant dans le réacteur.

et en ce que la puissance thermique fournie par la chaudière au fluide thermique est suffisante pour que la température du produit à l'entrée du réacteur, soit comprise entre la température de carbonisation T0 et T0 – 100°C.

De préférence, le produit à traiter circule dans au moins un tube, y compris dans l'échangeur de préchauffage, jusqu'à son entrée dans le réacteur, et en au moins un endroit du tube, au moins une tubulure transversale est prévue et raccordée au tube pour une injection de liquide et pour créer un anneau liquide contre la paroi intérieure du tube.

Avantageusement, l'échangeur thermique entre le produit à traiter et le fluide thermique est à tubes concentriques, et le produit à traiter circule dans le tube intérieur dans lequel est injecté le liquide pour former l'anneau liquide, le fluide thermique passant dans le tube extérieur.

Avantageusement, l'échangeur thermique est allongé, comportant un minimum de coudes pour maintenir l'anneau liquide en position. Dans le cas de nombreux coudes, plusieurs injections sont prévues.

Le réacteur peut être chauffé en paroi par de l'huile chaude, et être chicané, c'est à dire comporter une chicane sur le trajet du produit. Le réacteur peut être agité de manière à être nettoyé par raclage des bords du réacteur.

L'installation peut comporter, en sortie de la chaudière, une vanne trois voies permettant le chauffage du réacteur en paroi par l'huile chaude fournie par la

chaudière, cette vanne trois voies permettant un réglage de température par

mélange.

35

30

5

10

15

20

L'invention consiste, mises à part les dispositions exposées ci-dessus, en un certain nombre d'autres dispositions dont il sera plus explicitement question ciaprès à propos d'un exemple de réalisation décrit avec référence au dessin annexé, mais qui n'est nullement limitatif. Sur ce dessin :

Fig. 1 est un schéma d'une installation pour la mise en œuvre du procédé selon l'invention.

Fig. 2 est une coupe longitudinale schématique partielle d'un tube pour la circulation du produit à traiter, avec tubulures d'injection de liquide, pour créer un anneau liquide, et

Fig. 3 est une coupe schématique transversale du tube de Fig.2 au niveau des tubulures d'injection de liquide.

L'invention repose sur une approche originale qui consiste à combiner :

- les qualités des échangeurs indirects tubes dans tubes, huile/produit,
- avec la technologie de l'anneau liquide,
 - et la carbonisation hydrothermale des boues dans un réacteur simple.

En se reportant à Fig. 1 des dessins, on peut voir que les produits à traiter arrivent par une conduite 1a dans une pompe 1.

20

25

15

5

10

En sortie, par la conduite ou tube 1b, de la mise en pression par la pompe 1, une injection d'acide dilué 20 est mise en œuvre avec la technologie d'anneau liquide. L'injection est effectuée par au moins une tubulure transversale 20a, notamment radiale (Fig.2 et 3), débouchant dans le tube 1b de sortie sous pression de la pompe. Généralement au moins deux injections de liquide diamétralement opposées sont prévues, et de préférence quatre injections réparties régulièrement sur la périphérie.

30

L' « anneau liquide acide » A (Fig.2 et 3) ainsi formé, du fait des faibles vitesses dans les tuyauteries et du non brassage, reste collé à la paroi interne du tube et par là même vient dissoudre des éventuelles incrustations dues au chauffage du produit. De plus cet acide participe à la réaction de carbonisation et à l'aptitude à la déshydratation du produit carbonisé.

Un échangeur 2 préférentiellement du type tube dans tube concentriques vient chauffer le produit à partir d'un fluide thermique chaud, de préférence de l'huile chaude

Selon l'invention, l'huile est chauffée à travers une chaudière 12 à une température de 150-350°C, préférentiellement 250°C. La chaudière est alimentée en combustible extérieur à l'installation, notamment en gaz naturel. L'huile chaude à contre-courant vient réchauffer le produit, dans l'échangeur 2 jusqu' à atteindre quasiment sa température définitive 140-240°C, préférentiellement 200°C.

10

30

L'échangeur 2 est dimensionné côté huile de sorte que la température de l'huile en sortie d'échangeur soit la plus faible possible, notamment de 10 à 80°C au-dessus de la température du produit à réchauffer, préférentiellement de 40°C au-dessus.

Le produit rentre dans un réacteur 3 chicané dans lequel il circule en flux piston jusqu'à la sortie. Le réacteur est entouré par une enveloppe 3a formant double paroi dans laquelle circule de l'huile chaude pour le chauffage du réacteur. Une vanne mélangeuse à trois voies 13 mixée ou non avec un pompage (non représenté) permet de régler la température de l'huile dans l'enveloppe du réacteur. La vanne 13 comporte une voie reliée à la sortie de la chaudière 12, une voie reliée à l'entrée de l'enveloppe 3a, et une voie reliée à la sortie de l'enveloppe 3a, laquelle sortie est aussi reliée à l'entrée d'huile dans la chaudière 12. Le produit à traiter, déjà très chaud à l'entrée du réacteur, a acquis un faible pouvoir incrustant dans le réacteur. Un évent, non représenté, est prévu sur le réacteur 3 pour une évacuation des gaz produits.

En sortie du réacteur, le produit vient réchauffer la boucle d'huile à contre-courant à travers un échangeur 4. La boucle d'huile est mise en mouvement à travers une pompe 11. La chaudière 12 est située en aval de l'échangeur 4 et en amont du préchauffage par l'échangeur 2.

Le réacteur 3 peut être agité pour permettre un renouvellement de la couche d'échange en cas de produit particulièrement incrustant.

Le reste des équipements 5, 6, 30, 31, 32, 50 complète l'installation dans le cadre d'une ultradéshydratation par carbonisation hydrothermale. Un échangeur 5 permet de refroidir le produit carbonisé, sortant de l'échangeur 4, grâce à un fluide intermédiaire 50. Un outil de décompression 6, généralement une vanne, permet l'envoi sans vaporisation dans une cuve de stockage 30. Une pompe 31 reprend le produit en sortie de la cuve 30, et permet la filtration du produit dans un filtre 32 pour obtenir un produit ultradéshydraté.

Afin d'améliorer encore le procédé, l'injection d'acide en anneau liquide peut être faite en plusieurs endroits de l'échangeur 2 pour permettre un renouvellement de la couche d'anneau liquide.

Il est à noter que l'anneau liquide, visant à réduire la perte de charge, pourrait être obtenu par une injection d'eau, ou avantageusement de polymère, tandis que l'acide serait injecté dans le réacteur 3.

Avantageusement la perte de charge de l'échangeur, entre l'entrée 2a et la sortie 2b (Fig.1) est contrôlée, notamment par un capteur 2c sensible à la différence de pression entre l'entrée et la sortie. Le capteur 2c transmet un signal, représentant la perte de charge, à une unité 20b d'injection de la solution acide. L'unité 20b prend en compte l'évolution de la perte de charge. En cas d'augmentation de cette perte de charge, la quantité de solution acide injectée pour l'anneau liquide est augmentée, afin de réduire cette perte de charge.

Avantageusement, la température en entrée 2a de l'échangeur 2, celle en sortie 2b de l'échangeur 2b et le débit de la pompe 1 côté produit sont mesurés pour calculer la quantité de chaleur échangée dans l'échangeur 2. Les températures de l'huile en entrée et en sortie d'échangeur 2 sont aussi mesurées pour calculer et suivre le coefficient d'échange thermique de l'échangeur 2 et adapter la quantité d'acide si le coefficient d'échange thermique diminue.

La notion de mesure du coefficient d'échange thermique k résulte de la relation : Q = k S DT avec

Q: chaleur échangée,

5

15

20

k coefficient d'échange thermique de l'échangeur.

S surface d'échange,

DT différence de température logarithmique entre les deux fluides.

On a donc k = Q / (S DT).

5

10

En mesurant Q = Débit * (T° entrée - T° sortie) d'un des deux fluides et DT c'est à dire un calcul entre les températures entrée et sortie de chaque produit, on en déduit k qui , s'il diminue est un signe d'encrassement, lequel se mesure aussi en d'autres termes par le fait qu'il faut "monter la température de l'huile" pour atteindre la même température finale, c'est à dire augmenter le DT pour avoir le même Q car k diminue.

L'échangeur 2 peut être de type rectangulaire ou autre type et muni d'un dispositif de nettoyage automatique.

REVENDICATIONS

- 1. Procédé de carbonisation hydrothermale de produits pâteux ou de déchets, ou de boues de station d'épuration, dans un réacteur (3) sous pression et chauffé à température de carbonisation TO, généralement comprise entre 140°C et 280°C, procédé selon lequel les produits à traiter, avant d'être introduits dans le réacteur, subissent les étapes suivantes :
- mise en pression,
- préchauffage dans un échangeur, par un fluide thermique qui circule selon une boucle fermée, et qui reçoit de la chaleur en provenance des produits sortant du réacteur,
 - caractérisé en ce que le fluide thermique est chauffé dans la boucle par une source de chaleur externe (12), en aval de l'échange avec les produits sortant du réacteur, et en amont du préchauffage des produits entrant dans le réacteur.
 - la température du produit à traiter, préchauffé par le fluide thermique, à son entrée dans le réacteur (3) est comprise entre la température de carbonisation T0 et T0 100°C,
- et en ce que le produit à traiter circule dans au moins un tube (1b), y compris dans l'échangeur de préchauffage, jusqu'à son entrée dans le réacteur, et en au moins un endroit du tube, une injection (20) de liquide est effectuée pour créer un anneau liquide (A) contre la paroi intérieure du tube, et réduire les pertes de charge.
 - 2. Procédé selon la revendication 1, caractérisé en ce que la siccité des produits à traiter est comprise entre 15% et 30%.
 - Procédé selon la revendication 1 ou 2, caractérisé en ce que le liquide injecté est une solution acide.
 - 4. Procédé selon la revendication 3, caractérisé en ce que l'injection de solution acide est effectuée à divers niveaux de l'échangeur de préchauffage, pour contrôler le colmatage de l'échangeur.

35

30

25

5

- 5. Procédé selon la revendication 4, caractérisé en ce que la perte de charge de l'échangeur est contrôlée, et en ce qu'en cas d'augmentation de la perte de charge, la quantité de solution acide injectée pour l'anneau liquide est augmentée.
- 6. Procédé selon la revendication 4, caractérisé en ce que le coefficient d'échange de l'échangeur est contrôlé et en ce qu'en cas de diminution du coefficient d'échange, la quantité de solution acide injectée pour l'anneau liquide est augmentée.

5

10

- 7. Procédé selon l'une quelconque des revendications précédentes, caractérisé en ce que la pression dans le réacteur est comprise entre 20 et 35 bars.
- 15 8. Procédé selon l'une quelconque des revendications précédentes, caractérisé en ce que le fluide thermique est de l'huile.
 - 9. Installation de carbonisation hydrothermale de produits pâteux ou déchets, ou de boues de station d'épuration, comportant :
 - un réacteur (3) sous pression et chauffé à température de carbonisation T0, généralement comprise entre 140°C et 280°C,
 - une pompe (1) de mise en pression des produits dans une conduite d'alimentation (1b) du réacteur,
- un échangeur thermique (2) pour le préchauffage du produit à traiter par un fluide thermique qui circule en boucle fermée et qui reçoit de la chaleur, dans un autre échangeur (4), en provenance du produit sortant du réacteur, caractérisée en ce qu'elle comporte une chaudière (12) pour chauffer le fluide thermique de la boucle fermée, en aval de l'échange avec les produits sortant du réacteur, et en amont du préchauffage des produits entrant dans le réacteur,
 - en ce que la puissance thermique fournie par la chaudière au fluide thermique est suffisante pour que la température du produit à l'entrée du réacteur, soit comprise entre T0 et T0 100°C, T0 étant la température de carbonisation,

et en ce que le produit à traiter circule dans au moins un tube (1b), y compris dans l'échangeur de préchauffage (2), jusqu'à son entrée dans le réacteur, et en au moins un endroit du tube, au moins une tubulure transversale (20a) est prévue et raccordée au tube pour une injection (20) de liquide et pour créer un anneau liquide (A) contre la paroi intérieure du tube.

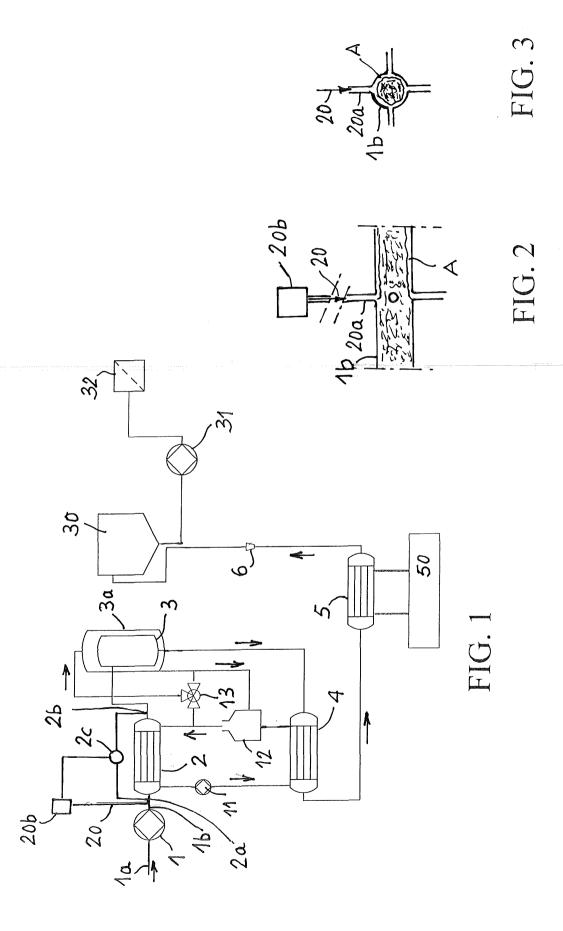
5

10

15

20

- 10. Installation selon la revendication 9, caractérisée en ce que l'échangeur thermique (2) entre le produit à traiter et le fluide thermique est à tubes concentriques, et en ce que le produit à traiter circule dans le tube intérieur dans lequel est injecté le liquide pour former l'anneau liquide, le fluide thermique passant dans le tube extérieur.
- 11. Installation selon la revendication 9 ou 10, caractérisée en ce que le réacteur (3) est chauffé en paroi par de l'huile chaude, et est chicané.
- 12. Installation selon l'une quelconque des revendications 9 à 11, caractérisé en ce que le réacteur est agité de manière à nettoyer par raclage les bords du réacteur.
- 13. Installation selon la revendication 12, caractérisée en ce qu'elle comporte, en sortie de la chaudière (12), une vanne trois voies (13) permettant le chauffage du réacteur en paroi par l'huile chaude fournie par la chaudière, cette vanne trois voies permettant un réglage de température par mélange.



N° d'enregistrement national : FR1357093 N° de publication : FR3008693

RAPPORT DE RECHERCHE

articles L.612-14, L.612-53 à 69 du code de la propriété intellectuelle

OBJET DU RAPPORT DE RECHERCHE

L'I.N.P.I. annexe à chaque brevet un "RAPPORT DE RECHERCHE" citant les éléments de l'état de la technique qui peuvent être pris en considération pour apprécier la brevetabilité de l'invention, au sens des articles L. 611-11 (nouveauté) et L. 611-14 (activité inventive) du code de la propriété intellectuelle. Ce rapport porte sur les revendications du brevet qui définissent l'objet de l'invention et délimitent l'étendue de la protection.

Après délivrance, l'I.N.P.I. peut, à la requête de toute personne intéressée, formuler un "AVIS DOCUMENTAIRE" sur la base des documents cités dans ce rapport de recherche et de tout autre document que le requérant souhaite voir prendre en considération.

CONDITIONS D'ETABLISSEMENT DU PRESENT RAPPORT DE RECHERCHE

[X] Le demandeur a présenté des observations en réponse au rapport de recherche préliminaire.
☐ Le demandeur a maintenu les revendications.
[x] Le demandeur a modifié les revendications.
☐ Le demandeur a modifié la description pour en éliminer les éléments qui n'étaient plus en concordance avec les nouvelles revendications.
$\hfill \square$ Les tiers ont présenté des observations après publication du rapport de recherche préliminaire.
☐ Un rapport de recherche préliminaire complémentaire a été établi.
DOCUMENTO OFFICIDANCI E PRECENT DARRORT DE RECUERCUE
DOCUMENTS CITES DANS LE PRESENT RAPPORT DE RECHERCHE
La répartition des documents entre les rubriques 1, 2 et 3 tient compte, le cas échéant, des revendications déposées en dernier lieu et/ou des observations présentées.
La répartition des documents entre les rubriques 1, 2 et 3 tient compte, le cas échéant,
La répartition des documents entre les rubriques 1, 2 et 3 tient compte, le cas échéant, des revendications déposées en dernier lieu et/ou des observations présentées. [X] Les documents énumérés à la rubrique 1 ci-après sont susceptibles d'être pris en
La répartition des documents entre les rubriques 1, 2 et 3 tient compte, le cas échéant, des revendications déposées en dernier lieu et/ou des observations présentées. [X] Les documents énumérés à la rubrique 1 ci-après sont susceptibles d'être pris en considération pour apprécier la brevetabilité de l'invention. □ Les documents énumérés à la rubrique 2 ci-après illustrent l'arrière-plan technologique