

①9 RÉPUBLIQUE FRANÇAISE
—
**INSTITUT NATIONAL
DE LA PROPRIÉTÉ INDUSTRIELLE**
—
COURBEVOIE
—

①1 N° de publication : **3 096 904**

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

②1 N° d'enregistrement national : **19 06107**

⑤1 Int Cl⁸ : **B 01 J 8/04** (2019.01), B 01 D 53/047

⑫

BREVET D'INVENTION

B1

⑤4 Dispositif de distribution de gaz dans un récipient de traitement de gaz comprenant un matériau particulaire.

②2 Date de dépôt : 07.06.19.

③0 Priorité :

④3 Date de mise à la disposition du public
de la demande : 11.12.20 Bulletin 20/50.

④5 Date de la mise à disposition du public du
brevet d'invention : 07.05.21 Bulletin 21/18.

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 :

Demande(s) d'extension :

⑦1 Demandeur(s) : *L'AIR LIQUIDE, SOCIÉTÉ
ANONYME POUR L'ÉTUDE ET L'EXPLOITATION
DES PROCÉDES GEORGES CLAUDE Société
anonyme — FR.*

⑦2 Inventeur(s) : SUN Lian-Ming, MONEREAU
Christian et DEMAR Gregory.

⑦3 Titulaire(s) : L'AIR LIQUIDE, SOCIÉTÉ ANONYME
POUR L'ÉTUDE ET L'EXPLOITATION DES
PROCÉDES GEORGES CLAUDE Société anonyme.

⑦4 Mandataire(s) : L'AIR LIQUIDE SOCIÉTÉ
ANONYME POUR L'ÉTUDE ET L'EXPLOITATION
DES PROCÉDES GEORGES CLAUDE.

FR 3 096 904 - B1



Description

Titre de l'invention : Dispositif de distribution de gaz dans un récipient de traitement de gaz comprenant un matériau particulaire

- [0001] La présente invention est relative à un dispositif de distribution de gaz dans un récipient de traitement de gaz comprenant un premier matériau particulaire. Ce dispositif de distribution permet de maintenir en place le milieu particulaire soumis à la gravité et aux contraintes résultant des mouvements du fluide et d'autre part de participer à la bonne distribution de ce fluide à travers toute la section du récipient.
- [0002] Dans les installations industrielles, il est fréquent d'utiliser des récipients cylindriques à axe vertical contenant un matériau actif, catalyseur ou adsorbant, pour traiter des fluides gazeux. Il s'agit dans le premier cas de réacteurs et dans le second cas d'adsorbants.
- [0003] Le problème du maintien du matériau réactif et de la distribution homogène du fluide à travers lui a fait l'objet d'un grand nombre de publications décrivant des solutions variées.
- [0004] Parmi les points à résoudre pour avoir un système fiable et performant, on trouve bien sûr la tenue mécanique du supportage lui-même, sa fixation dans l'adsorbant, les risques de contraintes mécaniques locales trop fortes, la prise en compte des contraintes thermiques, les risques de corrosion locale dus à des obstacles à l'écoulement ou à des points stagnants, la présence de liquide, les problèmes liés à l'étanchéité du système vis-à-vis des particules, les risques de bouchage... Côté distribution, on peut citer les risques de sur ou sous débits liés à la géométrie du système, les survitesses locales pouvant entraîner des phénomènes d'érosion ou d'attrition des particules... On peut noter également l'effet négatif dans bon nombre de procédés, en particulier dans le cas de procédés cycliques comme les procédés de séparation ou d'épuration par adsorption de type TSA et PSA au sens le plus large des termes, du volume libre laissé au fluide sous le matériau actif (volume mort) qui sera donc à minimiser. A cela, on peut ajouter la prise en compte des risques liés à des incidents de procédé tels qu'une pressurisation ou une dépressurisation trop rapide qui peuvent conduire à des surplus importants de contraintes par rapport au fonctionnement normal.
- [0005] Notons que dans les solutions existantes il n'y a pas de conservation de l'intégrité mécanique du fond inférieur et qu'il est proposé au contraire de souder le distributeur sur le fond.
- [0006] Par intégrité mécanique du fond, on veut signifier dans ce document que le fond ne comporte dans ce cas, aucune soudure ni aucun usinage (rainurage, percement...) au moins dans la zone de contact entre le dispositif de distribution et le fond et préféren-

tiellement sur la totalité du fond compris entre sa jonction avec la virole et sa jonction avec la tubulure de sortie. En effet, un soudage ou un usinage dans cette zone de contact peut entraîner des problèmes métallurgiques tels que des fissures en raison en particulier de la fatigue liée aux cycles de pression ou de température, avec par exemple une pression haute supérieure à 50 bar abs et une pression basse de quelques bars ou une température maximale supérieure à 300°C alors que pour d'autres étapes la température de fonctionnement sera proche de l'ambiante. Certaines unités de type TSA peuvent cumuler ces deux effets de fatigue métallurgique par cyclage en pression et température.

- [0007] Partant de là, un problème qui se pose est de fournir un dispositif de distribution permettant une distribution homogène du gaz tout en maintenant le matériau actif et en conservant l'intégrité mécanique du fond inférieur.
- [0008] Une solution de la présente invention est un dispositif de distribution de gaz dans un récipient 1 de traitement de gaz de forme cylindrique à axe vertical comprenant un premier matériau particulaire 9, ledit dispositif étant destiné à être fixé dans ledit récipient en regard d'un orifice d'entrée ou de sortie de gaz débouchant dans le fond inférieur 3 du récipient et comprenant :
- [0009] – une coiffe 4 perméable au gaz, recouvrant ledit orifice et comportant une paroi dont la base 15, de forme essentiellement circulaire, est en contact sans soudure avec le fond inférieur 3 du récipient et présente un diamètre qui est supérieur ou égal à un tiers du diamètre du récipient,
 - un second matériau particulaire 5 de diamètre équivalent D_5 supérieur ou égal à 10 mm et supérieur aux dimensions des ouvertures de la coiffe, ce dit matériau particulaire étant logé autour de la coiffe 4 au moins jusqu'à une hauteur correspondant à l'extrémité supérieure de la coiffe, et
 - un moyen de centrage 16 de la coiffe au-dessus de l'orifice d'entrée ou de sortie, fixé à la tuyauterie 17 qui est reliée à l'orifice.
- [0010] Par coiffe, on entend ici un système rigide générant un volume libre autour de l'orifice qu'il recouvre. Dans le cas général, le fond du récipient étant bombé (fond hémisphérique, fond elliptique, fond plat avec rebord), la coiffe présentera une concavité opposée à celle du fond du récipient. Il s'agit d'un système à 3 dimensions (3D) qui exclut tout dispositif plan, de type disque, pour des raisons de tenue mécanique. Ce point est repris ultérieurement.
- [0011] Par base, « de forme essentiellement circulaire », on veut signifier d'abord que la coiffe sera préférentiellement de forme axisymétrique, son axe étant confondu dans la grande majorité des cas avec celui du récipient et avec celui de l'orifice. Cette géométrie sera préférentiellement retenue pour des raisons de meilleure tenue mécanique et de simplicité de réalisation. On trouvera ci-dessous les exemples les plus

répandus de ce type de coiffe. L'intersection d'une forme axi symétrique avec le fond du récipient est théoriquement un cercle dès lors que leurs axes de symétrie respectifs sont confondus. Le terme « essentiellement » circulaire se veut quant à lui recouvrir

- [0012] • d'une part, les écarts à l'idéalité géométrique du fait des tolérances de fabrication du dispositif de distribution, de la virole du récipient, du fond ainsi que du non alignement parfait des axes du récipient, de l'orifice, et dudit système de distribution.
- D'autre part, quelques cas très particuliers où la coiffe aurait une section légèrement ellipsoïdale (liée par exemple à la présence, à côté de la tubulure d'entrée/sortie d'une purge que l'on veut loger dans le dispositif). De telles particularités ne sont pas décrites ici mais restent dans l'esprit de l'invention dès lors que l'on fait en sorte de conserver l'intégrité mécanique du fond de l'adsorbeur.
- [0013] Lorsqu'on spécifie que la base est en contact avec le fond, on veut indiquer par là qu'il y a un contact effectif entre les deux équipements de telle sorte que le dispositif de distribution est en appui stable sur le fond.
- [0014] Selon le cas le dispositif selon l'invention peut présenter une ou plusieurs des caractéristiques ci-dessous :
- [0015] – la coiffe 4 présente une paroi dont la base 15 présente un diamètre supérieur ou égal à la moitié du diamètre du récipient.
- le second matériau particulaire 5 est de diamètre équivalent De supérieur ou égal à 25 mm.
- le second matériau particulaire 5 est logé au-dessus de la coiffe 4 au moins jusqu'à une hauteur supérieure ou égale à la hauteur de la coiffe plus 50 mm.
- Le second matériau particulaire 5 peut être identique au premier matériau particulaire dès lors que ce dernier à un diamètre équivalent d'au moins 10mm.
- la coiffe 4 est soit de forme conique, soit en forme de calotte sphérique, soit en forme de cône tronqué avec la face en regard de l'orifice d'entrée ou de sortie essentiellement horizontale, soit de forme cylindrique avec la face en regard de l'orifice d'entrée ou de sortie essentiellement horizontale ;
- la coiffe 4 présente une paroi dont la base 15 a été usinée de sorte que le contact entre la coiffe et le fond inférieur du récipient ne soit pas ponctuel ;
- Le contact entre la coiffe et le fond s'effectue sur au moins 50% de la longueur de la base de la coiffe, préférentiellement sur au moins 80% et encore préférentiellement sur plus de 95% de cette longueur.
- [0016] On fait en sorte de maximiser la surface d'appui de la coiffe sur le fond pour limiter les contraintes mécaniques. Elle ne sera généralement pas égale à 100% du fait de jeux locaux pouvant résulter des tolérances de fabrication ou créés volontairement pour

l'évacuation de poussières ou de liquides éventuels. Un joint légèrement élastique pourrait être insérer entre le bord de la coiffe et le fond mais cet arrangement qui introduit un élément supplémentaire ne serait à priori retenu qu'en cas de tolérances excessives.

- [0017] – la coiffe 4 présente un taux d'ajourage variable avec un taux pouvant varier entre 0 et 60% selon l'emplacement sur la coiffe, ou un taux constant choisi entre 5 et 40%.
- [0018] Par taux d'ajourage constant, on veut signifier que toute la surface de la coiffe, à l'exception éventuellement de la bande inférieure qui va assurer le contact avec le fond, est perforée avec un même taux de vide, par exemple 35%. A l'inverse on peut adapter le taux d'ajourage selon la géométrie, perforer à seulement 5% la section faisant face à l'ouverture et jusqu'à 60% la partie proche de la base. Des calculs de mécanique des fluides permettent de tester différentes approches. Le choix est généralement un compromis entre performance et complexité.
- [0019] – la coiffe est recouverte d'un treillis métallique constitué préférentiellement d'une grille 11 surmontée d'une toile métallique 12 souple perméable au gaz ; ladite toile remonte préférentiellement sur le fond, sur une longueur de l'ordre de 10 à 50mm en vue d'assurer à ce niveau une étanchéité vis-à-vis de particules de dimension supérieure à quelques centaines de microns.
- le moyen de centrage est constituée d'une tige 16 dont l'extrémité supérieure est fixée à la coiffe 4 et d'un moyen 18 de maintien de ladite tige au centre de la tuyauterie ;
- ledit dispositif comprend un déflecteur 70 placé en position horizontale dans le volume libre compris entre la coiffe 4 et le fond inférieur 3 du récipient ;
- le déflecteur 70 présente une forme circulaire et de diamètre Dd supérieur ou égal au diamètre de l'orifice d'entrée ou de sortie ;
- ledit dispositif comprend un espace libre entre le déflecteur 70 et la coiffe 4 ; le déflecteur pourra éventuellement présenter au moins localement des ouvertures 120 permettant le passage du fluide vers le volume libre situé au-dessus de lui
- [0020] L'invention a aussi pour objet un récipient de traitement de gaz comprenant un dispositif de distribution de gaz selon l'invention, avec ledit récipient comprenant une virole cylindrique d'axe vertical, un fond supérieur, un fond inférieur, un orifice d'entrée et un orifice de sortie, et deux tuyauteries reliées respectivement aux deux fonds, de préférence par l'intermédiaire, au moins pour la tuyauterie inférieure, d'une pièce de jonction soudée de part et d'autre au fond et à la tuyauterie.
- [0021] L'invention va à présent être décrite de manière plus détaillée à l'aide des figures.
- [0022] La [fig.1a] est destinée à expliquer comment est modifié l'agencement des

équipements décrit dans le document FR 2 750 617 et les avantages qui en découlent. La [Fig. 1b] précise quelles sont les dimensions (Dr, Dd, De, Dt) qui sont utilisées dans la description.

[0023] Concernant la Figure 1.a, le côté gauche du schéma correspond à l'art antérieur et le droit à la solution ici proposée. Un récipient 1 comporte une virole cylindrique 2 et en partie basse un fond inférieur 3, de type elliptique dans cet exemple. Une tubulure d'entrée/sortie 4 est positionnée en partie inférieure du fond. Dans la solution de l'Art Antérieur, un distributeur 110 tronconique est surmonté d'une grille 100 qui maintient elle-même le milieu particulaire actif 9. L'espace entre le distributeur 110 et la grille support 100 est essentiellement vide et permet une bonne distribution des flux même avec un distributeur de faible diamètre à la base. La grille est soit soudée à la virole soit supportée par des gousset en appui sur le fond non représentés ici. C'est cette grille qui supporte les contraintes liées au poids du lit et aux flux en circulation. Le distributeur 110 n'est soumis qu'aux efforts liés à sa traversée par le fluide. Il doit être néanmoins maintenu en place, ce qui se fait par une soudure sur le fond au niveau de sa base 130 plus ou moins éloigné du raccord du fond avec la tubulure.

[0024] Par comparaison, à droite, la coiffe 4 du support de distribution de la solution proposée a une paroi latérale beaucoup plus étendue. Le diamètre de sa section de base 15, en contact avec le fond 3 est au moins égal à un tiers du diamètre de la virole et préférentiellement au moins égal à la moitié de ce diamètre. Le trajet du gaz sortant par les orifices inférieurs du distributeur est sensiblement plus court que dans le cas précédent et il est possible de remplir l'espace autour de la coiffe d'un second matériau particulaire 5 au moins jusqu'à sa partie supérieure, voire au-delà par exemple jusqu'au point de tangence entre fond et virole, comme représenté ici. Il est ensuite possible de mettre par-dessus des couches horizontales de matériaux actifs 9 (premier matériau particulaire). Entre les différentes couches de matériaux particulaires, on installera si on le juge nécessaire, des toiles ou des grilles de séparation afin d'éviter tout mélange entre couches de nature différentes. La décision prend en compte les caractéristiques physiques des différents matériaux (dimension, densité, forme) mais aussi d'autres aspects tels que la probabilité d'incidents (par exemple, risques de sur débit) ou les procédures de vidange et remplissage (par exemple, récupération d'un matériau sans risque de mélange). Les contraintes verticales liées au poids des matériaux et aux flux en circulation s'appliquent en partie directement sur le fond, en partie sur le support-distributeur qui les retransmet au fond via sa surface d'appui 15. On notera que l'appui se fait tout le long d'un diamètre relativement important et non de façon plus ponctuelle comme dans le cas de goussets ou de pieds supports. Le système est naturellement maintenu en place par les particules 5 du second matériau particulaire qui l'entoure et ne nécessite par sécurité qu'un simple guide de centrage,

par exemple une tige 16 elle-même maintenue au centre de la tubulure d'entrée/ sortie 17 par un système adéquat ne causant pas de restriction sensible au passage des flux, par exemple 3 pattes 21 à 120 ° soudées à la tuyauterie 18. Les dimensions retenues pour le dispositif, à savoir dans cet exemple un distributeur tronconique défini par sa section supérieure, sa base et sa hauteur (ou l'angle du cône) est un compromis entre distribution du fluide et tenue mécanique du dispositif. Une base de grande dimension par exemple peut favoriser la distribution du gaz mais au détriment de la tenue mécanique de la paroi latérale. Inversement, un système de petite taille sera mécaniquement résistant mais imposera des contraintes de distribution telles que l'utilisation de particules de grande dimension (50mm ou plus) en partie inférieure et des hauteurs de distribution supérieures. Un diamètre de base du distributeur compris entre 1/3 et 2/3 du diamètre du récipient est une bonne approche pour un premier dimensionnement dont la finalisation sera économique.

- [0025] De la sorte le fond inférieur 3 ne comporte aucune soudure ni aucun usinage susceptible d'affaiblir sa tenue mécanique. On dit dans ce cas qu'il conserve sa totale intégrité mécanique.
- [0026] Ce point déjà abordé est particulièrement important car bon nombre de ces récipients sont utilisés dans des procédés très exigeants du point de vue tenue mécanique. Il peut s'agir de procédés d'adsorption de type PSA au sens large couvrant le domaine de pressions allant de plus de 50 bar abs au vide inférieur à 200 millibar abs et englobant ce qu'il est coutume d'appeler PSA, VPSA et VSA ; Il peut s'agir également de procédés de type TSA dans lequel il est courant d'utiliser des températures de régénération allant au-delà des 200°C. S'agissant de procédés cycliques, les adsorbants sont soumis en permanence à des variations de pression et/ou de température qui fatiguent les matériaux utilisés. Une unité TSA peut dépasser les 4000 cycles de température par an alors qu'une unité PSA peut quant à elle aller au-delà de 500 000 cycles de pression par an. La présence d'humidité, de produits plus ou moins corrosifs, de gaz comme l'hydrogène qui a tendance à diffuser dans les aciers aggravent ces phénomènes de fatigue. Il est bien connu que les fissures et plus généralement les défauts s'amorcent alors dans les points singuliers que sont les soudures et les usinages divers. Le fait de supprimer tous ces points singuliers et en particulier aux endroits où le fond est soumis à des contraintes plus élevées, comme les surfaces d'appui, va permettre de rallonger sensiblement la durée de vie des équipements, d'utiliser éventuellement des épaisseurs moindres, de supprimer ou d'espacer des examens périodiques coûteux.
- [0027] De même, de nombreux réacteurs de catalyse sont soumis à des pressions très élevées (> 50 bar abs) et/ou à des températures dépassant les 300°C. Là également la suppression des singularités que sont les soudures ou les usinages afin de respecter

l'intégrité des fonds peut être d'un grand intérêt.

- [0028] L'utilisation de particules de diamètre équivalent supérieur ou égal à 10 mm, voire à 25 mm, pour le second matériau particulaire, permet aux fluides de circuler facilement à travers elles et à se distribuer dans toute la section du récipient. Ces particules seront généralement des particules support inertes dont il existe plusieurs fournisseurs spécialisés mais cela pourra être également un matériau actif choisi avec un diamètre spécialement élevé. Outre le fait que ces particules maintiennent les lits d'adsorbants ou de catalyseur placés par-dessus, elles diminuent le volume libre dans le fond de l'adsorbeur ou du réacteur qui est généralement néfaste au procédé, conduisant par exemple à une diminution du rendement d'extraction des unités PSA. Pour mémoire, le diamètre des particules actives (premier matériau particulaire), en particulier s'il s'agit d'adsorbant, est généralement dans la fourchette allant de 5 à 0.5 mm et majoritairement entre 3 et 0.7 mm. Un matériau avec de telles dimensions limiterait la distribution radiale du fluide vers la périphérie et conduirait à des sous débits locaux.
- [0029] La séparation entre le premier matériau particulaire et le second matériau particulaire peut se faire via l'utilisation de différentes granulométries successives empêchant toute interpénétration des couches ou par l'usage de toile perforée disposées entre couches successives. Ce point bien connu de l'homme du métier ne sera pas plus développé ici.
- [0030] La [fig.1b] montre un distributeur de gaz selon l'invention avec un ratio D_d/D_r de 0.43, des billes inertes de support de 50mm de diamètre (second matériau particulaire) recouvrant le distributeur de gaz et un guide de centrage fixé à la tubulure par 3 pattes à 120° dont le détail, en coupe horizontale, figure sur le croquis de droite. Le fond, ici de type elliptique est soudé d'un côté à la virole et de l'autre à la tubulure. Il a conservé son intégrité mécanique, en particulier dans la zone d'appui du support-distributeur.
- [0031] On a décrit de façon plus générale un tel distributeur comme ayant une surface essentiellement horizontale en face la tubulure d'entrée/sortie et une paroi latérale en appui sur le fond. En effet, si un distributeur de gaz tronconique tel que choisi ici a les avantages d'être simple, stable et avoir un axe de symétrie confondu avec celui du récipient et donc favorable à une bonne distribution, d'autres variantes sont bien sûr possibles comme des troncs de pyramide par exemple. La face supérieure est dite essentiellement horizontale car c'est la géométrie habituelle simple retenue pour un brise-jet. Là aussi, on peut utiliser des formes un peu plus complexes sans changer l'idée de l'invention.
- [0032] On notera que l'on utilise des coiffes ayant une concavité (inverse de celle du fond) en excluant par exemple du champ de l'invention une plaque plane circulaire qui reposerait également par son extrémité périphérique sur le fond. Une telle plaque plane perforée a une résistance mécanique bien moindre que les solutions retenues ici, forme

tronconique et calotte sphérique. Elle va très généralement nécessiter des raidisseurs, installés en étoile ou en parallèle qui vont gêner la distribution des fluides et/ou créer des contraintes locales. Néanmoins, une solution plaque plane est possible pour des récipients de faible diamètre, ou pour des charges faibles, par exemple une couche mince de matériau actif placée au-dessus et peu de contraintes liées à la circulation des fluides. Dans les autres cas, sa tenue mécanique intrinsèque conduirait à des épaisseurs et des poids peu réalistes. La solution préconisée ici est plus générale et plus sûre à la fois pour la tenue mécanique et pour la bonne distribution des fluides.

- [0033] La [fig.2a] correspond à un distributeur de gaz selon l'invention avec une coiffe en forme de calotte sphérique dans un récipient 1 ayant un fond inférieur de type hémisphérique 3 soudée à la virole 2. La coiffe 4 est surmontée de billes inertes 5 de diamètre 25mm jusqu'à atteindre une section 6 d'environ 85% de la section de la virole. Au-dessus de cette couche est disposée directement une autre couche 7 de billes inertes de diamètre 10mm, une toile métallique 8 d'ouverture 0.7mm puis le matériau actif 9, ici par exemple un adsorbant de granulométrie moyenne 1.8 mm avec moins de 2% poids de particules inférieure à 1.0mm. Notons que les billes inertes 5 et 7 constituent dans le cas présent le second matériau particulaire. De la sorte, il n'y a pas de pénétration possible entre les différentes couches successives hormis d'éventuels débris (particules cassées, résidu de soudure...).
- [0034] La coiffe 4 à un taux de passage libre constant de 35% environ créée par des trous 10 de 10 mm de diamètre. Afin que ces trous ne puissent être au moins partiellement bouchés par les billes support inertes, elle est recouverte d'une grille métallique 11 ayant des fils d'un mm de diamètre, elle-même recouverte d'une toile métallique souple 12 ayant des fils de 0.3mm. Le détail [fig.2b] montre ces divers éléments 11, 12 maintenus par des rivets 13 ainsi que l'étanchéité 14 aux fines particules à la périphérie. Ce système constitue une sécurité vis-à-vis de débris divers (particules brisées, fragments de soudure, résidu de meulage...) qui pourraient s'infiltrer à travers les différentes couches comme signalé plus haut et venir s'accumuler éventuellement dans la zone d'appui entre le support-distributeur et le fond. Il permet également d'éviter le bouchage de passages destinés à l'écoulement éventuel de liquides. On retiendra une toile métallique dont l'ouverture sera de quelques centaines de microns (de 100 à 500 microns par exemple), généralement pas plus fine pour éviter des bouchages avec des poussières.
- [0035] L'extrémité 15 de la coiffe 4 est usinée afin d'améliorer l'appui sur le fond inférieur 3 et d'éviter tout effet de poinçonnage. Sans cet usinage, on aurait à priori un seul point de contact avec le fond pouvant générer des contraintes locales élevées. D'autres solutions peuvent être mise en œuvre (joint, patin...) pour diminuer ces contraintes locales dès lors qu'elles ne conduisent pas à effectuer des soudures ou des usinages sur

le fond.

- [0036] Dans cet exemple, comme le montre le détail de la [fig.2c] la tige du moyen de centrage 16 permettant de centrer la coiffe 4 est maintenu dans l'axe de la tuyauterie 17 et du récipient 1 par un croisillon à 4 bras 18 soudé sur un diamètre intérieur de la tuyauterie.
- [0037] Comme déclaré initialement, un certain nombre de dimensions ou de détails de réalisation sont donnés ici à titre d'exemple, l'invention ne se limitant pas à ses indications particulières.
- [0038] Avec un tel agencement, le fond du récipient conserve sa totale intégrité mécanique, ce qui est l'objet principal de l'invention. Comme on l'a dit précédemment, le fait de conserver l'intégrité mécanique du fond à plusieurs intérêts dont celui en particulier de pouvoir utiliser des épaisseurs de matériau plus faibles. Dans ces conditions, la jonction entre le fond et la tuyauterie peut devenir le point faible du système. Pour des conditions de fonctionnement contraignantes (cycles de pression et/ou température), il peut convenir comme représenté sur la [fig.3], d'améliorer cette jonction en utilisant une pièce de raccord 3 soudée d'une part au fond 3 du récipient dont l'ouverture inférieure a été agrandie par rapport au diamètre D_t de la tuyauterie 17 et d'autre part, dans sa partie verticale à la tuyauterie. La [Fig. 3] montre le principe de cet agencement. On notera que la soudure 40 entre la partie inférieure du fond et la pièce de jonction n'est pas dans la zone d'appui entre la coiffe 4 et le fond 3. On respectera une distance minimale de 20mm et préférentiellement d'au moins 50mm. Le moyen de centrage 16, non représenté dans sa totalité, pourra être rendu solidaire de la pièce de raccord, par exemple au niveau de sa couronne interne 19.
- [0039] Cette pièce de raccord est réalisée préférentiellement en acier forgé afin de maximiser la tenue mécanique.
- [0040] En pratique, la soudure 4 entre le fond et la pièce de jonction se fait le long d'un diamètre D_j , D_j étant généralement compris, suivant les dimensions respectives de la tubulure, du fond et du récipient, entre $1.2 D_t$ et $4 D_t$, D_t étant le diamètre interne de ladite tubulure.
- [0041] Pour des diamètres de virole du récipient importants, mettons supérieurs à 1.5 ou 2.0 mètres, le système décrit jusqu'à présent peut conduire à un déficit de fluide à la périphérie de la virole, au moins au début de la zone de matériau actif. Ce sous-débit même localisé peut être défavorable à l'obtention des performances optimales dans certains procédés. Ce défaut éventuel peut être corrigé en mettant en œuvre un déflecteur placé dans le volume libre compris entre le fond du récipient et la coiffe, au droit de la tubulure d'entrée/sortie.
- [0042] Ledit déflecteur est préférentiellement circulaire et son diamètre maximal D_d est tel qu'il est égal ou supérieur au diamètre interne de la tubulure D_t et laisse un espace

libre au gaz à sa périphérie. Cet espace donne la possibilité au fluide d'alimenter le volume libre situé au-dessus du déflecteur. On a retenu dans la suite de la description un déflecteur simple en forme de disque. Bien évidemment, d'autres géométries sont possibles pour ce déflecteur, comme une forme en V inversé, comme des systèmes de type diffuseur d'air conditionné séparant le fluide en plusieurs zones d'écoulement successives ou autres géométries connues plus ou moins complexes. Ledit déflecteur peut éventuellement présenter au moins localement des ouvertures, par exemple une série de trous conduisant à un taux d'ajourage de 5 à 10%, permettant le passage direct du fluide vers le volume libre supérieur.

- [0043] Ce déflecteur n'étant soumis qu'aux contraintes liées à la circulation des fluides, il peut être maintenu en place par des supports en appui sur le fond et/ ou sur la pièce de jonction. Ces supports, non soudés sur le fond, peuvent avoir des formes différentes.
- [0044] Préférentiellement, on utilisera 3 panneaux à 120° ou deux panneaux qui se croisent orthogonalement et reliés ensemble par une hauteur commune centrale et forment une sorte de croisillon. Le déflecteur est alors fixé à l'horizontale, vissé par exemple orthogonalement aux panneaux et donc à l'axe du récipient et de sa tubulure d'entrée/sortie inférieure. Préférentiellement encore, une partie de ces panneaux verticaux descendra dans la tubulure ou dans la partie inférieure de la pièce de jonction où ils seront bloqués (soudure, bossage ou tout autre moyen adéquat). On notera que là également, il n'y a pas de soudure ni d'usinage pratiqué sur le fond inférieur du récipient.
- [0045] L'axe central des panneaux supportant le déflecteur étant confondu avec l'axe du récipient, il l'est également avec l'axe du guide de centrage du support-distributeur. Ce guide peut donc servir de centrage à la fois pour les panneaux et le déflecteur.
- [0046] Afin d'éclairer la présente description, un agencement possible du système comprenant le support-distributeur et le déflecteur est donné comme exemple de réalisation dans la [fig.4].
- [0047] Le fond inférieur 3, hémisphérique dans cet exemple, est rendu solidaire de la tubulure d'entrée/sortie 17 par l'intermédiaire de la pièce de jonction 30 en acier forgé. Ces éléments sont reliés par les soudures circulaires 40 et 50.
- [0048] Par souci de clarté, les billes support inertes (second matériau particulière) ne sont montrées que localement 5, le premier matériau particulière situé au-dessus n'a pas été représentés de même que la grille recouvrant la coiffe 4. Le déflecteur en forme de disque 70 situé au droit de la tubulure est maintenu en place par 4 morceaux de tôle métallique 80 découpés pour venir en appui sur la gorge de la pièce de jonction et de coulisser en partie inférieure dans la couronne 19 qui vient en léger rétrécissement du diamètre interne de la pièce de jonction.
- [0049] La tige 16 (moyen de centrage) permet de centrer la coiffe lors de sa mise en place et de le maintenir dans cette position. Les tôles métalliques 80 qui soutiennent le dé-

flexeur 70 sont fixées à cette tige ; Grâce à un tel agencement, elle se trouve par réalisation dans l'axe du récipient. La pièce 20, non décrite jusqu'à présent, est un petit tube cylindrique qui repose sur le déflecteur et dont la longueur est telle qu'il y a un jeu, mettons de 5 à 10mm entre son extrémité supérieure et la coiffe. Ce tube n'a juste qu'une fonction de sécurité dans des cas de fonctionnements anormaux. Il limiterait le soulèvement éventuel du déflecteur ou reprendrait une partie des efforts en cas de contraintes anormales appliquées de haut en bas sur la calotte sphérique.

- [0050] Il est préférable d'effectuer le dimensionnement détaillé du système en ayant recours à un logiciel de mécanique des fluides, au moins initialement, pour déterminer le choix des principaux paramètres en fonction des diamètres respectif de la virole du récipient et de la tubulure d'entrée/ sortie, du type de fond (elliptique, plat, hémicylindrique...), de la qualité de la distribution souhaitée. On conçoit en effet que sans précaution particulière, en particulier en l'absence de déflecteur, la partie centrale du récipient, située au droit de la tubulure d'entrée/sortie verrait de par sa position un sur débit par rapport au débit moyen et qu'au contraire la zone périphérique serait en sous-débit. On dispose de plusieurs moyens comme on l'a vu, pour remédier à ces problèmes. Le taux de perforation de la coiffe peut être variable, plus faible dans sa partie centrale que vers la périphérie. Le rôle du déflecteur est d'orienter le flux horizontalement afin de le diriger vers la périphérie. Il peut néanmoins être légèrement perforé pour ne pas réduire trop fortement le débit dans l'axe du récipient.
- [0051] On a vu que les billes support inertes (second matériau particulaire) avaient à la fois pour but de maintenir le matériau actif (premier matériau particulaire) et de réduire le volume mort entre la coiffe et le lit de matériau actif. Bien que le taux de vide soit en première bonne approximation indépendant du diamètre des billes (et de l'ordre de 35%), on retiendra des billes –ou des particules- de diamètre suffisamment élevé pour ne créer que peu de pertes de charge. Outre le fait que ces dernières sont souvent défavorables aux procédés, des pertes de charge élevées freineraient la diffusion des fluides vers la périphérie. On conçoit par contre que d'utiliser des particules plus grosses rend plus délicat l'empilage des couches successives, en particulier l'étanchéité vis-à-vis des particules les plus petites. On utilise couramment des particules de diamètre équivalent de 25 mm (1 '') ou de 50mm (2''). Le diamètre de la coiffe, sa position par rapport au fond, la position et la dimension du déflecteur, les taux de perforation... ont également un rôle important dans la distribution et tous ces paramètres doivent être choisis en connaissance de cause (expérience, simulation, calculs de pertes de charge...).
- [0052] Dans le cas de notre exemple, le diamètre de la sphère correspondant à la coiffe est approximativement égal au diamètre de la virole. Il sera généralement compris entre 75 et 125% de ce diamètre. Sa circonférence d'appui a un diamètre d'environ 70% de celui de la virole du récipient. Cette valeur sera généralement comprise entre 33 et

80%, préférentiellement entre 50 et 70%.

- [0053] La coiffe est ici largement perforée avec un taux de vide l'ordre de 35% constant. Un taux élevé est favorable à la distribution, en particulier vers la périphérie. Il affaiblit par contre la tenue mécanique et un compromis doit être trouvé. En l'absence de déflecteur, ce taux serait variable, de l'ordre de 5% au centre et de 40% à la périphérie de la calotte.
- [0054] Le déflecteur est situé à environ 70% de la hauteur disponible entre extrémité basse du fond inférieur et extrémité haute de la coiffe. Le disque a un diamètre égal à 2.5 fois celui de la tubulure laissant une section libre suffisante entre son extrémité et la calotte sphérique. La position du déflecteur (hauteur, diamètre) dépend très fortement du type de fond et de la géométrie retenue pour le support-distributeur. Un schéma à l'échelle permet une bonne initialisation des dimensions à retenir, un calcul de mécanique des fluides pouvant optimiser comme on l'a déjà dit si nécessaire ces dites dimensions.
- [0055] On a représenté les plaques 80 support du déflecteur avec des orifices 120. La veine du fluide étant partagée à l'entrée du récipient en 4 secteurs par ce support, cela permettrait ainsi si besoin, un rééquilibrage des flux. Cela pourrait être le cas en présence d'un coude à courte distance de l'entrée dans le récipient.
- [0056] On peut vérifier que l'agencement retenu reprend bien les caractéristiques de l'invention à savoir que le distributeur de gaz comporte d'une part une coiffe, installée de façon à ce que sa concavité soit opposée à celle du fond du récipient, dont le bord inférieur circulaire de diamètre D_d est en contact avec la paroi intérieure du fond et d'autre part un moyen de centrage une tige de centrage. Le fond du récipient conserve sa totale intégrité mécanique dans les zones de contact avec la circonférence de la calotte en appui sur ce fond. Le diamètre de contact D_d est supérieur ou égal au tiers du diamètre du récipient. Un second matériau particulière de diamètre équivalent D_e supérieur à 10 mm, remplit la partie du fond située au-dessus du distributeur de gaz, au moins jusqu'à une hauteur correspondant à l'extrémité supérieure dudit support.
- [0057] La conjonction de ces caractéristiques dans un même élément permet d'avoir un système à la fois mécaniquement sûr pour supporter le poids des matériaux et les contraintes liées à la circulation des fluides et favorable à l'obtention de performances optimales via la bonne distribution des fluides et la réduction des volumes morts.
- [0058] Aussi, la présente invention a enfin pour objet une unité d'épuration ou de séparation de gaz par adsorption de type PSA ou TSA comprenant au moins un adsorbant mettant en œuvre un dispositif de distribution de gaz selon l'invention
- [0059] Le procédé de type TSA (temperature swing adsorption = adsorption à variation de température) sera par exemple une épuration de gaz de synthèse avant une séparation cryogénique, de gaz naturel, procédés fonctionnant généralement sous pression (> 30 bar) avec une température de régénération élevée (200°C).

[0060] Dans le cas d'un procédé de type PSA (pressure swing adsorption = adsorption à variation de pression), la fatigue mécanique des équipements proviendra des variations rapides de pression (PSA H2, VSA O2, VPSA O2....).

Revendications

- [Revendication 1] Dispositif de distribution de gaz dans un récipient (1) de traitement de gaz de forme cylindrique à axe vertical comprenant un premier matériau particulière (9), ledit dispositif étant destiné à être fixé dans ledit récipient en regard d'un orifice d'entrée ou de sortie de gaz débouchant dans le fond inférieur (3) du récipient et comprenant :
- une coiffe (4) perméable au gaz, recouvrant ledit orifice et comportant une paroi dont la base, de forme essentiellement circulaire, est en contact (15) sans soudure avec le fond inférieur du récipient et présente un diamètre qui est supérieur ou égal à un tiers du diamètre du récipient,
 - un second matériau particulière (5) de diamètre équivalent De supérieur ou égal à 10 mm et supérieur aux dimensions des ouvertures de la coiffe, ce dit matériau particulière étant logé autour de la coiffe au moins jusqu'à une hauteur correspondant à l'extrémité supérieure de la coiffe, et
 - un moyen de centrage (16) de la coiffe au-dessus de l'orifice d'entrée ou de sortie, fixé à la tuyauterie (17) qui est reliée à l'orifice.
- [Revendication 2] Dispositif selon la revendication 1, caractérisé en ce que la coiffe (4) présente une paroi dont la base présente un diamètre supérieur ou égal à la moitié du diamètre du récipient.
- [Revendication 3] Dispositif selon l'une des revendications 1 ou 2, caractérisé en ce que le second matériau particulière (5) est de diamètre équivalent De supérieur ou égal à 25 mm.
- [Revendication 4] Dispositif selon l'une des revendications 1 à 3, caractérisé en ce que le second matériau particulière (5) est logé au-dessus de la coiffe au moins jusqu'à une hauteur supérieure ou égale à la hauteur de la coiffe plus 50 mm.
- [Revendication 5] Dispositif selon l'une des revendications 1 à 4, caractérisé en ce que la coiffe est :
- soit de forme conique,
 - soit en forme de calotte sphérique,
 - soit en forme de cône tronqué avec la face en regard de l'orifice d'entrée ou de sortie essentiellement horizontale,

- soit de forme cylindrique avec la face en regard de l'orifice d'entrée ou de sortie essentiellement horizontale.

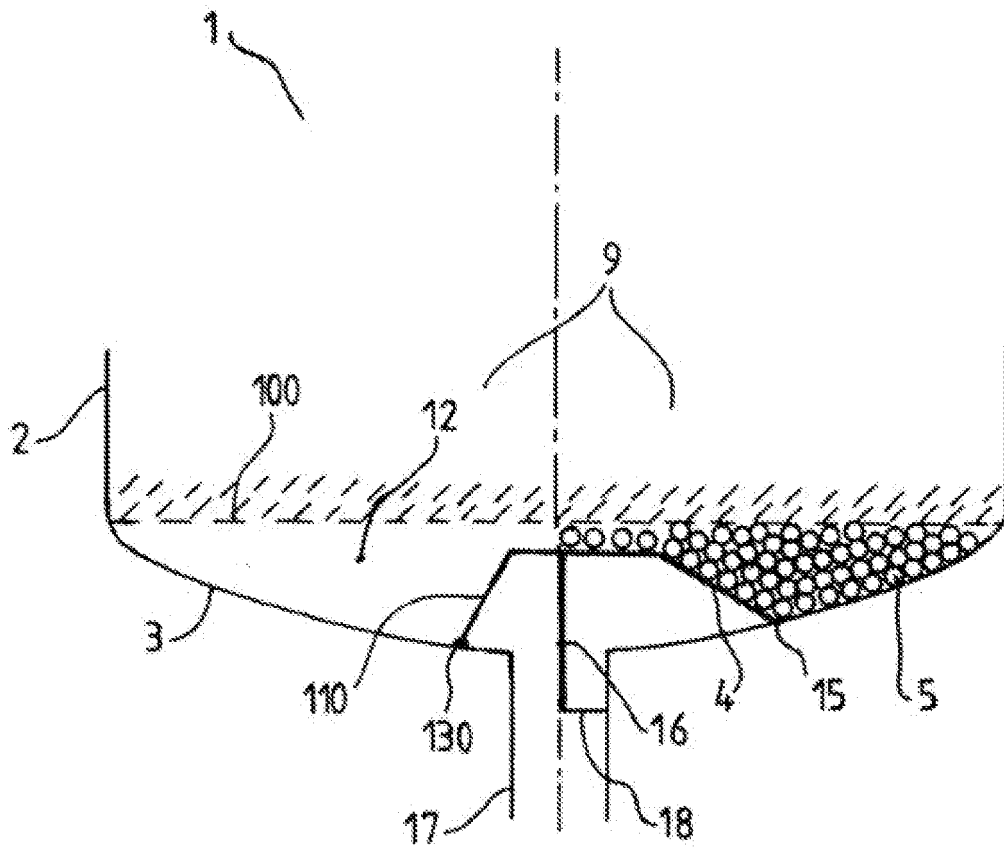
- [Revendication 6] Dispositif selon l'une des revendications 1 à 5, caractérisé en ce que la coiffe (4) présente une paroi dont la base a été usinée de sorte que le contact (15) entre la coiffe (4) et le fond inférieur (3) du récipient ne soit pas ponctuel.
- [Revendication 7] Dispositif selon l'une des revendications 1 à 6, caractérisé en ce que le contact (15) entre la coiffe (4) et le fond (3) s'effectue sur au moins 50% de la longueur de la base de la coiffe, préférentiellement sur au moins 80% et encore préférentiellement sur plus de 95% de cette longueur.
- [Revendication 8] Dispositif selon l'une des revendications 1 à 7, caractérisé en ce que la coiffe (4) présente :
- un taux d'ajourage variable avec un taux pouvant varier entre 0 et 60% selon l'emplacement sur la coiffe, ou
 - un taux constant choisi entre 5 et 40% .
- [Revendication 9] Dispositif selon l'une des revendications 1 à 7, caractérisé en ce que la coiffe est recouverte d'un treillis métallique constitué préférentiellement d'une grille (11) surmontée d'une toile métallique souple (12) perméable au gaz.
- [Revendication 10] Dispositif selon l'une des revendications 1 à 8, caractérisé en ce que le moyen de centrage (16) est constituée d'une tige dont l'extrémité supérieure est fixée à la coiffe (4) et d'un moyen de maintien de ladite tige au centre de la tuyauterie.
- [Revendication 11] Dispositif selon l'une des revendications 1 à 10, caractérisé en ce que ledit dispositif comprend un déflecteur (70) placé en position horizontale dans le volume libre compris entre la coiffe (4) et le fond inférieur (3) du récipient.
- [Revendication 12] Dispositif selon la revendication 11, caractérisé en ce que le déflecteur (70) présente une forme circulaire et de diamètre Dd supérieur ou égal au diamètre de l'orifice d'entrée ou de sortie.
- [Revendication 13] Dispositif selon l'une des revendications 11 ou 12, caractérisé en ce que ledit dispositif comprend un espace libre entre le déflecteur (70) et la coiffe (4).
- [Revendication 14] Récipient de traitement de gaz comprenant un dispositif de distribution

de gaz selon l'une des revendications 1 à 13 avec ledit récipient (1) comprenant une virole cylindrique (2) d'axe vertical, un fond supérieur, un fond inférieur (3), un orifice d'entrée et un orifice de sortie, et deux tuyauteries reliées respectivement aux deux fonds, de préférence par l'intermédiaire, au moins pour la tuyauterie inférieure (17), d'une pièce de jonction (30) soudée de part et d'autre au fond et à la tuyauterie.

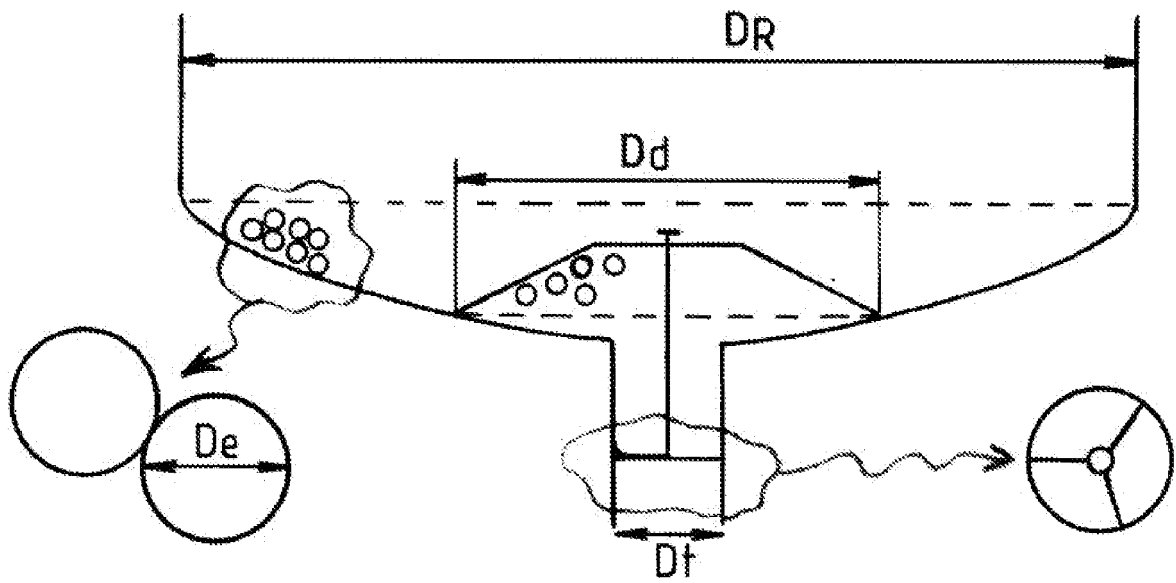
[Revendication 15]

Unité d'épuration ou de séparation de gaz par adsorption de type PSA ou TSA comprenant au moins un adsorbant mettant en œuvre un dispositif de distribution de gaz selon l'une des revendications 1 à 13.

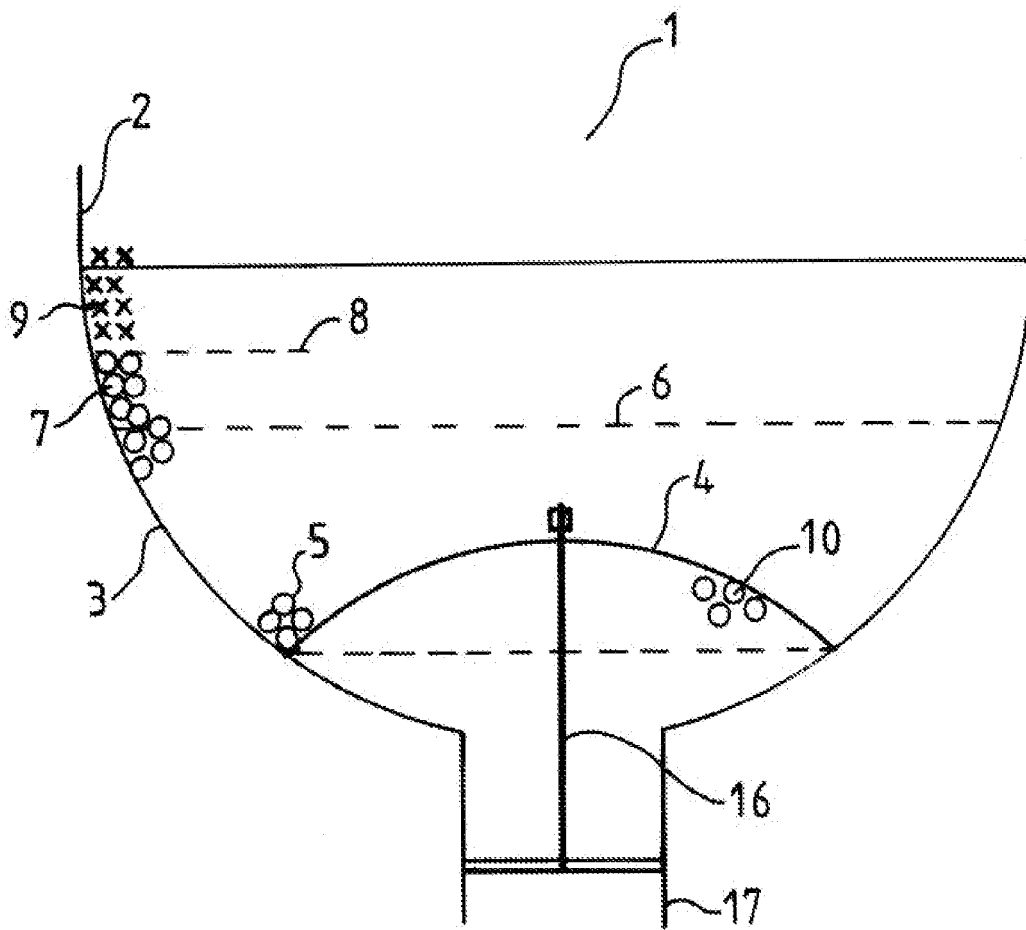
[Fig. 1a]



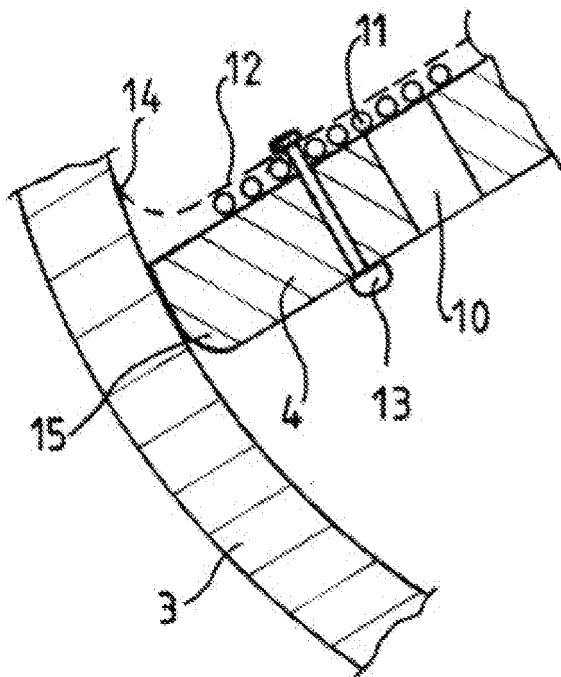
[Fig. 1b]



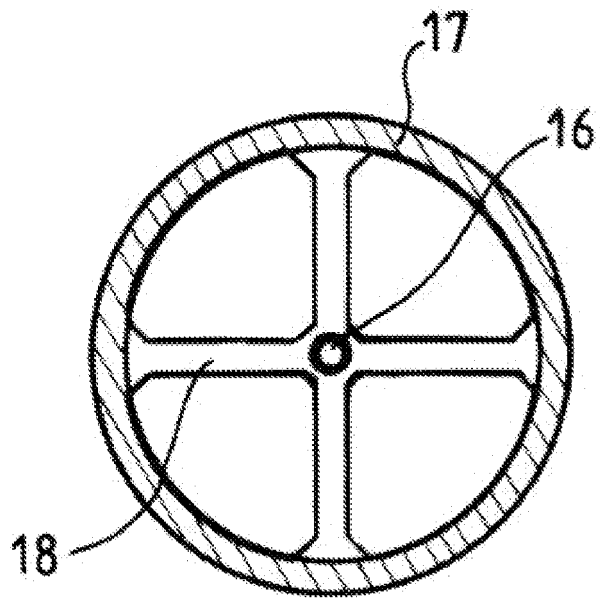
[Fig. 2a]



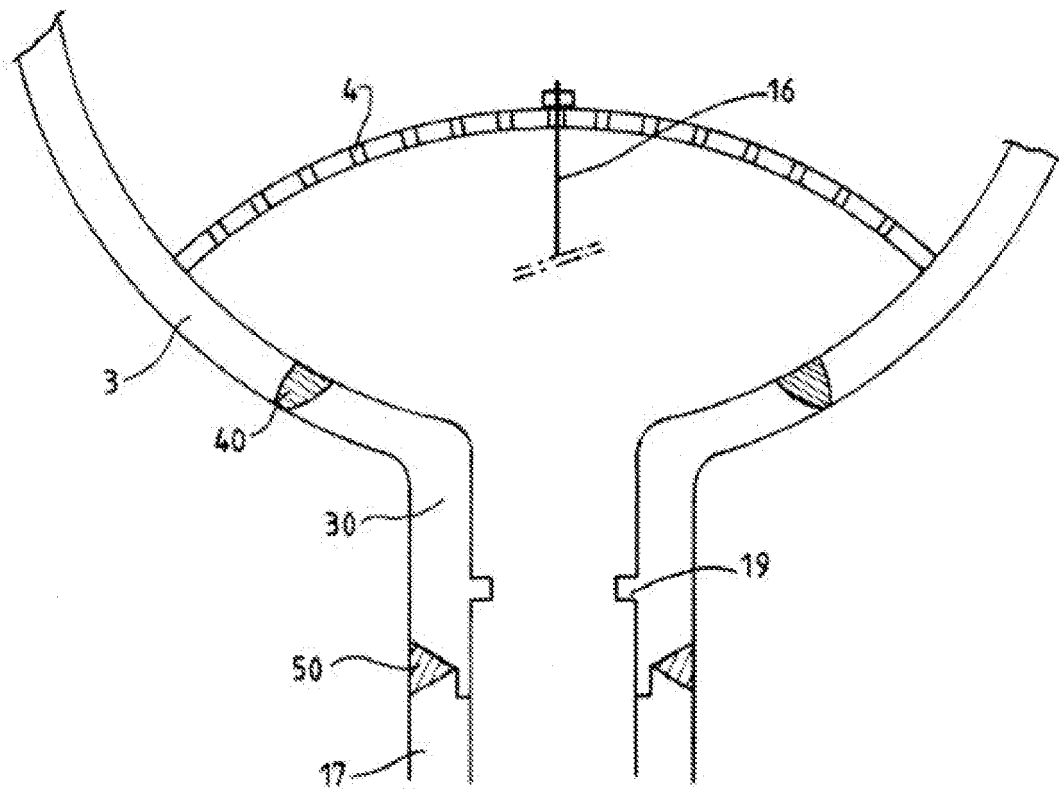
[Fig. 2b]



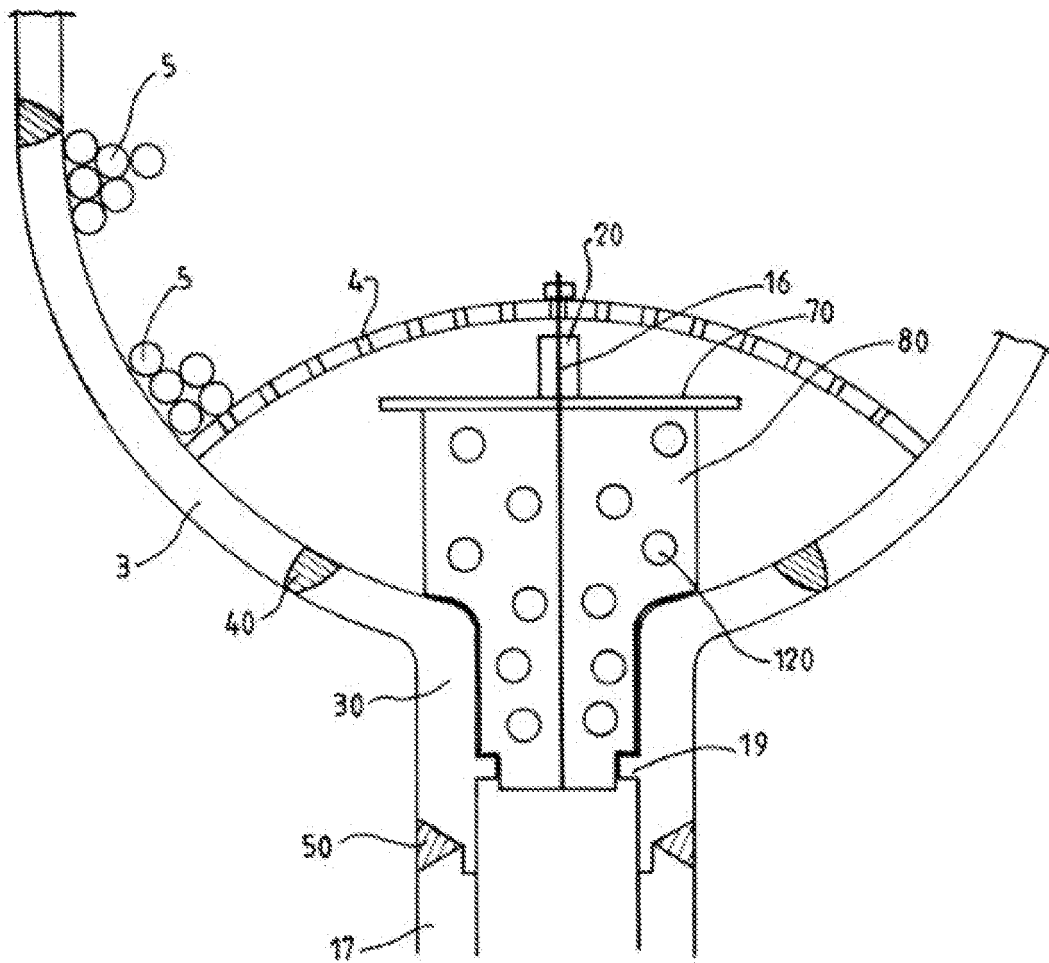
[Fig. 2c]



[Fig. 3]



[Fig. 4]



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 (nouveau) 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

Le demandeur a présenté des observations en réponse au rapport de recherche préliminaire.

Le demandeur a maintenu les revendications.

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.

Les tiers ont présenté des observations après publication du rapport de recherche préliminaire.

Un rapport de recherche préliminaire complémentaire a été établi.

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.

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 général.

Les documents énumérés à la rubrique 3 ci-après ont été cités en cours de procédure, mais leur pertinence dépend de la validité des priorités revendiquées.

Aucun document n'a été cité en cours de procédure.

**1. ELEMENTS DE L'ETAT DE LA TECHNIQUE SUSCEPTIBLES D'ETRE PRIS EN
CONSIDERATION POUR APPRECIER LA BREVETABILITE DE L'INVENTION**

EP 0 719 578 A1 (PRAXAIR TECHNOLOGY INC
[US]) 3 juillet 1996 (1996-07-03)

US 2 657 121 A (ROLLINS JENNINGS F)
27 octobre 1953 (1953-10-27)

FR 2 750 617 A1 (AIR LIQUIDE [FR])
9 janvier 1998 (1998-01-09)

US 5 779 773 A (CAM FRANCOIS [FR] ET AL)
14 juillet 1998 (1998-07-14)

**2. ELEMENTS DE L'ETAT DE LA TECHNIQUE ILLUSTRANT L'ARRIERE-PLAN
TECHNOLOGIQUE GENERAL**

NEANT

**3. ELEMENTS DE L'ETAT DE LA TECHNIQUE DONT LA PERTINENCE DEPEND
DE LA VALIDITE DES PRIORITES**

NEANT