



(12) FASCICULE DE BREVET

- (11) N° de publication : **MA 28511 B1**
- (51) Cl. internationale : **D06B 23/20; D06M 23/10; D06P 1/94**
- (43) Date de publication : **03.04.2007**
-
- (21) N° Dépôt : **29360**
- (22) Date de Dépôt : **02.10.2006**
- (30) Données de Priorité : **17.03.2004 DE 10 2004 013 338.7**
- (86) Données relatives à l'entrée en phase nationale selon le PCT : **PCT/DE2005/000491 16.03.2005**
- (71) Demandeur(s) : **UHDE HIGH PRESSURE TECHNOLOGIES GMBH, Buschmühlenstrasse 20 58093 Hagen (DE)**
- (72) Inventeur(s) : **NÜNNERICH, Peter ; DIERKES, Heribert ; BORK, Michael**
- (74) Mandataire : **ABU-GHAZALEH INTELLECTUAL PROPERTY (TMP AGENTS)**
-
- (54) Titre : **PROCEDE POUR METTRE EN SUSPENSION ET INTRODUIRE DES SUBSTANCES SOLIDES DANS DES PROCESSUS HAUTE PRESSION**
- (57) Abrégé : LA PRÉSENTE INVENTION CONCERNE UN PROCÉDÉ POUR METTRE EN SUSPENSION ET INTRODUIRE UNE SUBSTANCE SOLIDE DANS UN PROCESSUS HAUTE PRESSION, PAR EXEMPLE DES PIGMENTS COLORÉS DANS UN PROCESSUS HAUTE PRESSION DANS LEQUEL UN LIQUIDE SURCRITIQUE EST UTILISÉ COMME SUBSTANCE DE PROCESSUS ET UNE PRESSION DE PLUS DE 150 BAR RÉGNE. SELON L'INVENTION, LA MISE EN SUSPENSION DE LA SUBSTANCE SOLIDE EST RÉALISÉE À BASSE PRESSION AU MOYEN D'UN PROCÉDÉ DE MISE EN SUSPENSION COMPLÈTEMENT SÉPARÉ. DANS LE CADRE DE CE PROCÉDÉ DE MISE EN SUSPENSION, LA SUBSTANCE SOLIDE EST MISE EN SUSPENSION OU PARTIELLEMENT DISSOLUE DANS UN GAZ NON CRITIQUE LIQUÉFIÉ. LA PRESSION AU COURS DE LA MISE EN ŒUVRE DE CE PROCÉDÉ VAUT MOINS DE 90 % DE LA PRESSION CRITIQUE DU GAZ LIQUÉFIÉ. L'INTRODUCTION DE LA SUSPENSION DANS LE PROCESSUS HAUTE PRESSION S'EFFECTUE AU MOYEN D'UNE POMPE.

RESUME

Procédé pour mettre en suspension et introduire des substances solides dans des processus haute pression, par exemple, les colorants dans un processus à haute pression, ledit processus utilisant un fluide supercritique en tant que fluide de processus à une pression de > 150 bars. L'étape de suspension des solides a lieu à la basse pression dans un processus de suspension complètement séparé, les solides subissant une suspension ou une dissolution partielle dans un gaz non critique et liquéfié. Ladite pression de suspension est aussi basse que < 90 % de la pression critique du gaz liquéfié. L'introduction de la suspension de solides dans le processus à haute pression a lieu à l'aide d'une pompe.
(A publier avec Fig. 1)



PROCEDE POUR METTRE EN SUSPENSION ET INTRODUIRE DES SUBSTANCES SOLIDES DANS DES PROCESSUS HAUTE PRESSION

[0001] L'invention concerne un procédé pour la mise en suspension de solides et leur introduction dans des processus à haute pression, par exemple les pigments de couleur dans un tel processus à haute pression en utilisant un fluide supercritique en tant que fluide de processus à une pression de > 150 bars. L'étape de suspension de solides a lieu à la basse pression dans un processus de suspension complètement séparé. Les solides subissent une suspension ou une dissolution partielle dans un gaz non critique et liquéfié. Ladite pression de suspension est aussi basse que < 90 % de la pression critique du gaz liquéfié. L'introduction de la suspension de solides dans le processus à haute pression a lieu à l'aide d'une pompe.

[0002] De divers techniques et dispositifs de dernier cri sont connus par rapport aux solides qui peuvent être introduits pendant un processus à haute pression. Il est dans des habitudes courants d'introduire les solides à l'aide d'un distributeur d'alimentation, d'un réservoir d'alimentation ou d'un dispositif semblable, lesdits dispositifs étant inondés avec le fluide de processus de sorte que les solides soient entraînés pour s'introduire dans le processus à haute pression.

[0003] DE 199 28 405 décrit un procédé pour teindre un substrat de textile en présence au moins d'un fluide supercritique, y compris un processus de dosage dans lequel la quantité requise d'agent colorant en poudre est divisée en une multitude de petits groupes, chaque groupe entrant en contact avec le fluide supercritique pendant ce temps nécessaire pour la dissolution ou la dispersion de solides. Le dispositif décrit dans le document édité prévoit un piston d'oscillation avec un support sur l'un ou l'autre côté, le piston étant placé à travers le jet et déplacé suivant la ligne de processus qui contient le fluide critique. Ledit piston prend une série de solides par le premier alésage en position de fin et en position de fin opposée. Ce premier alésage est situé dans le jet principal de sorte que les solides soient enlevés de l'alésage par ledit fluide. À l'autre extrémité de piston, un deuxième alésage est simultanément rempli ou vidé, respectivement.

[0004] Le processus et le dispositif selon DE 199 28 405 ont l'inconvénient que le dispositif doit être évalué et classé selon le processus principal. En outre, l'alésage vidé et situé dans le jet principal est employé pour attraper le gaz supercritique et le transporter en position de remplissage de sorte que cette section doit avoir une pression égale ou supérieure ou un cycle d'arrosage doit être exécuté à chaque fois, ce qui altérerait inévitablement le processus de remplissage. D'ailleurs, il est en fait critique pour traverser une garniture à haute pression avec les alésages guidés par le piston. Après que de courtes périodes de fonctionnement, il y aurait sûrement des dommages à la matière de garniture, c.-à-d. des problèmes de fuite se produiront.

[0005] WO 97/13915 décrit une méthode très commune d'introduire des solides dans un processus supercritique. Ce processus prévoit un récipient de préparation de colorant disposé dans une déviation du jet de processus principal. Pour le déplacement des solides, les valves respectives sont ouvertes et les solides sont entraînés par un jet partiel du fluide de processus principal. Par conséquent, il n'est pas possible que l'introduction uniforme ou le réglage précis de l'alimentation en agent colorant soit effectuée puisque le mélange des solides et du fluide est dilué par le fluide de processus entraîné dedans. D'ailleurs, tous les composants arrangés dans cette déviation du processus doivent répondre aux exigences de pression et de la température du processus principal.

[0006] Une comparaison avec le processus de suspension optimisé selon WO 97/13915 est décrite dans le brevet des USA 6.261.326. Dans ledit processus un récipient de préparation de colorant est utilisé pour la dissolution ou la suspension de l'agent de mort, à l'aide d'un agitateur ou d'une pompe pour circuler une quantité partielle des solides. Comme indiqué dans ledit document, il y a un état liquide presque critique dans ce procédé de préparation parce que le dernier est alimenté avec le fluide supercritique du processus principal. Comme dans le cas des processus mentionnés ci-dessus, cette méthode de préparation a également un inconvénient, c.-à-d. elle doit répondre aux exigences à haute pression du processus principal, qui dans ce cas particulier s'appelle le processus de traitement. D'ailleurs, l'introduction de solides et l'entrée non montrés dans US 6.261.326 doivent être effectués par un système distributeur sophistiqué ou le récipient d'alimentation en solides exige que la haute pression du processus principal soit atteinte.

[0007] L'objectif de l'invention est, donc, de fournir une suspension de solides et le processus de dosage qui fonctionne indépendamment du cycle à haute pression et avec un degré plus élevé d'efficacité que celui des processus de dernier cri.

[0008] L'objectif de l'invention peut être réalisé au moyen d'une suspension et un processus d'introduction pour que des solides granulés ou en poudre soient alimentés à un processus à haute pression qui emploie essentiellement un gaz supercritique en tant que fluide de processus. Ladite étape constitue une étape de suspension des solides du processus à haute pression et se compose d'un réservoir de suspension et d'un dispositif pour l'agitation liquide, y compris les canalisations d'entrée et de sortie respectives.

[0009] Quand le processus est mis en application, la première étape prévoit un réservoir de suspension rempli de solides et de fluide, ce dernier étant un gaz liquéfié qui est dans un état non critique.

[0010] Dans une deuxième étape, les solides deviennent suspendus dans le fluide à l'aide d'un dispositif d'agitation liquide et sont gardés en suspension. Le dispositif d'agitation liquide devrait être un agitateur ou une pompe disposée sur l'extérieur du réservoir de suspension, ladite pompe étant reliée au récipient par une canalisation d'aspiration et une ligne de livraison et à une partie de la suspension étant constamment distribué dans un cycle.

[0011] La pression dans l'étape de suspension devrait de préférence être < 90% de la pression critique du gaz utilisé, la valeur idéale étant < 60 bars de sorte qu'une phase gazeuse soit présente au-dessus de la phase liquide, la valeur idéale étant < 60 bars de sorte qu'une phase gazeuse soit présente au-dessus de la phase liquide.

[0012] La dernière étape est requise pour pomper la suspension dans le processus à haute pression. Par conséquent, la pompe et sa ligne de livraison reliées au processus principal doivent répondre aux exigences de processus à haute pression. N'importe quel équipement de processus monté du côté de prise des besoins de pompe doivent être conformes aux norme minimales.

[0013] Un mode de réalisation avantageux du processus selon l'invention doit fournir un fluide pour la suspension de solides qui est essentiellement chimiquement identique au fluide de traitement du processus à haute pression.

[0014] Pour optimiser le procédé, des substances supplémentaires sont ajoutées au fluide. Lesdites substances sont, par exemple, les hydrocarbures ou les alcools à chaîne courte cycliques et acycliques, les aldéhydes ou les cétones aussi bien que H₂O et leurs mélanges.

[0015] Pour le procédé de l'invention, il est recommandé que la pression appliquée dans le réservoir de suspension pendant le cycle d'introduction de la suspension de solides dans le processus à haute pression soit maintenue à un niveau de préférence constant en refaisant le plein avec le gaz dans l'état gazeux.

[0016] Une variante idéale de processus permet, donc, à l'alimentation de la suspension de solides dans le processus à haute pression d'avoir lieu sans interruption pendant le cycle de vidange du récipient et, en plus, la concentration des solides dans le fluide à maintenir à un niveau constant ou à une valeur variable à l'aide du débit de pompe. La concentration dans le réservoir de suspension demeure essentiellement constante pendant le cycle de vidange car le plein de gaz a lieu non lors la phase liquide mais dans la phase gazeuse.

[0017] Un autre mode de réalisation avantageux de l'invention prévoit les solides qui sont soluble dans le processus à haute pression, tel que des colorants, des agents collants, des agents de blanchissement, des fluides aromatiques ou des mélanges. Dans ce contexte l'invention soutient également un avantage dans la mesure où les solides - le contraire à la technologie de dernier cri, est simplement suspendu et que la solubilité spécifique des matières de base respectives ne doit pas être rencontré dans l'étape de suspension. Quand lesdites matières de base sont ajoutées aux grands jets volumétriques du processus principal, lesdits solides se dissolvent directement à cause du taux élevé du concentré.

[0018] Par conséquent, un mode de réalisation bénéfique de l'invention est constitué par le fait que le jet de suspension est ajusté au mélange sur le processus à haute pression de façon que le rapport des jets volumétriques de la suspension et du fluide à haute pression soit 1 : 50 et dans la version idéale $\leq 1 : 100$

[0019] Le jet de suspension qui est très petit comparé au jet volumétrique du processus principal, en règle générale, a une influence physique négligeable seulement sur le processus principal.

[0020] Le processus selon l'invention est illustré sur la base des deux figures montrant une disposition de processus typique.

[0021] La figure 1 montre le processus de suspension à l'aide d'une pompe pour remuer le liquide et la figure 2 dépeint le processus à l'aide d'un agitateur sans cycle externe.

[0022] Selon la figure 1, le processus de suspension (1) relié au processus à haute pression (4) par l'intermédiaire de la ligne (6) se compose essentiellement du réservoir de suspension (2) et de la pompe (3). Le réservoir de suspension (2) est rempli de gaz liquéfié par l'intermédiaire de la ligne (7) et de solides par l'intermédiaire de la ligne (8). La disposition sur la figure 1 montre cette forme liquide stockée (2a) et du gaz stocké (2b) dans le réservoir de suspension (2). Un jet partiel est retiré du réservoir à l'aide de la pompe de suspension (9) par l'intermédiaire de la ligne (10) et réutilisé par l'intermédiaire de la ligne (11).

[0023] Quand le réservoir de suspension (2) est vidé, la suspension de solides est donnée par l'intermédiaire de la ligne (5) à l'aide de la pompe (3) et par l'intermédiaire de la ligne (6) au processus à haute pression (4). Il devient évident que simplement la pompe (3) et le côté de livraison de la pompe, c.-à-d. la ligne (6), doit être évaluée pour les pressions appliquées dans le processus à haute pression (4). Les composants restants du processus de suspension doivent simplement être conformes aux conditions pour des pressions jusqu'à environ 60 bars.

[0024] La figure 2 présente un autre mode de réalisation du processus, le réservoir de suspension (2) étant équipé de l'agitateur (13) de sorte qu'une suspension puisse être préparée et gardée stable.

REVENDEICATION DU BREVET :

1. Procédé pour la suspension de solides et l'introduction d'un type granulaire, de grains ou de poudre d'une matière solide dans un processus à haute pression, en utilisant essentiellement un fluide supercritique en tant que fluide de processus, ledit processus étant une étape de suspension qui fait partie du processus à haute pression et se composant d'un récipient de suspension et d'un dispositif pour la circulation du liquide aussi bien que pour les opérations d'alimentation et de décharge, la matière solide et un fluide étant alimenté au récipient de suspension et ledit fluide étant un gaz liquéfié, la matière solide devenant suspendu dans le fluide à l'aide du dispositif pour agiter le liquide, gardant de ce fait les solides en suspension, caractérisé en ce que la pression appliquée dans l'étape de suspension est $< 90\%$ de la pression critique du fluide de processus et dans une variante avantageuse est de < 60 bars, une phase gazeuse couvrant la phase liquide dans le navire de suspension, et dans une dernière étape la suspension est transportées par la pompe dans le processus à haute pression.
2. Le procédé selon la revendication 1, caractérisée en ce que la pression dans le récipient de suspension est essentiellement stabilisé pendant le cycle d'alimentation au processus à haute pression en admettant des gaz libres de solides.
3. Le procédé selon la revendication 1 ou 2 ci-dessus, caractérisé en ce que le dispositif pour la circulation du fluide dans le récipient est un agitateur monté dans le récipient.
4. Le procédé selon l'une des revendications précédentes 1 ou 2, caractérisé en ce que le dispositif pour agiter le liquide est une pompe reliée au récipient de suspension par l'intermédiaire d'une ligne de prise et de sortie et une partie du stock de la suspension étant constamment mis en circulation.
5. Le procédé selon l'une des revendications précédentes 1 à 4, caractérisé en ce que le fluide dans le récipient de suspension est essentiellement identique chimiquement au fluide de processus à haute pression.
6. Le procédé selon l'une des revendications précédentes 1 à 5, caractérisé en ce qu'une autre matière de base non solide est ajouté au fluide, tel que H_2O ou les hydrocarbures à chaîne courte cyclique et acyclique ou les alcools, les aldéhydes ou les cétones à chaîne courte ainsi que les mélanges.
7. Le procédé selon l'une des revendications précédentes 1 à 6, caractérisé en ce que la pression appliquée dans le réservoir de suspension pendant le cycle d'alimentation au processus à haute pression est maintenue constant en ajoutant le gaz en état gazeux.
8. Le procédé selon l'une des revendications précédentes 1 à 7, caractérisé en ce que la suspension est stabilisée de manière permanente pendant le cycle d'alimentation de suspension au processus à haute pression au moyen du dispositif d'agitation du liquide.
9. Le procédé selon l'une des revendications précédentes 1 à 8, caractérisé en ce que la matière solide d'entrée est un fluide à dissoudre dans le processus à haute pression, tel que des colorants, des agents collants, des agents de blanchissement, des fluides aromatiques, des extraits de parfum ou des mélanges.
10. Le procédé selon l'une des revendications précédentes 1 à 9, caractérisé en ce que l'opération d'alimentation de suspension au processus à haute pression est courue en mode continu pendant le cycle de décharge de navire, le taux d'entrée de volume étant égal ou variable de sorte que la concentration dans le navire de suspension soit essentiellement maintenue constante.
11. Le procédé selon l'une des revendications précédentes 1 à 10, caractérisé en ce que le jet de suspension est ajusté au mélange sur le processus à haute pression de façon que le rapport des jets volumétriques de la suspension et du fluide à haute pression soit 1 : 50 et dans la version idéale 1 : 100.

Fig. 1



